

# 山东省应急管理厅

鲁应急函〔2023〕79号

## 关于印发《山东省化工企业硝化工艺全流程自动化改造验收指南（试行）》等5个指南的通知

各市应急管理局：

为规范、指导全省涉及硝化、氯化、氟化、重氮化、过氧化工艺的化工、医药企业全流程自动化改造工作，确保企业改造质量符合国家及省相关标准规范和文件规定，根据国务院安委会办公室《山东省危险化学品安全生产专项督导帮扶工作方案》、省政府安委会《山东省化工行业安全生产整治提升专项行动总体工作方案》和省应急厅《全省危险化学品安全生产“机械化换人、自动化减人”工作方案》，省应急厅组织有关单位和专家编制了《山东省化工企业硝化工艺全流程自动化改造验收指南（试行）》等5个指南，现印发给你们。请你们迅速将5个指南转发至辖区内相关县（市、区）应急局和企业，组织各级危化监管执法人员、安全专家和相关企业人员认真学习领会、对照排查整改、开展验收核查，并及时将工作中遇到的问题报告省应急厅。

附件：1.山东省化工企业硝化工艺全流程自动化改造验收指南（试行）

附件 1

# 山东省化工企业硝化工艺全流程自动化 改造验收指南

(试行)

## 1 适用范围

适用于全省现有涉及硝化工艺的化工、医药企业（以下简称硝化企业）开展硝化工艺装置全流程自动化改造的验收工作。全流程自动化是指从原料投入生产开始、到最终产品产出为止的全过程均实现自动化控制，通常包括硝化工艺装置及与其存在上下游关系的原料预处理、分步化学反应、产品后处理及储存、包装等工序的自动化控制。

新建、扩建、改建硝化工艺装置的全流程自动化也应符合本指南的有关要求。

## 2 总则

2.1 自动化控制应满足《重点监管危险化工工艺目录（2013年完整版）》（安监总管三〔2013〕3号）和《关于加强化工安全仪表系统管理的指导意见》（安监总管三〔2014〕116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）报告和安全完整性等级（SIL）定级报告对自动化控制提出的对策措施。

2.2 硝化企业应完成全流程（不含公用工程）反应安全风险

评估，对原料、中间产物、产品及副产物进行热稳定性测试，对蒸（精）馏、干燥、储存等单元操作进行安全风险评估。根据安全风险评估结果与建议，设置相应的自动化措施。

2.3 硝化企业应按照《全省危险化学品安全生产“机械化换人、自动化减人”工作方案》（鲁应急字〔2021〕135号，以下简称135号文）的要求实施“机械化换人、自动化减人”，实现全流程自动化控制。

2.4 硝化企业全流程自动化改造工作应委托具有工程设计综合甲级资质或化工石化医药行业（专业）工程设计甲级资质的设计单位进行设计。

2.5 生产过程中严禁采用间歇或半间歇硝化工艺。现有间歇或半间歇硝化工艺的生产装置应于2024年12月31日之前完成改造。

### **3 自动化控制要点**

#### **3.1 通用规定**

3.1.1 基本过程控制系统显示的带控制点的工艺流程图（如DCS流程界面）应符合工艺管道和仪表流程图（P&ID图），并和现场一致；基本过程控制系统、安全仪表系统工艺参数设置、联锁逻辑应与工程设计文件和操作规程一致。

3.1.2 基本过程控制系统、安全仪表系统应设置管理权限，对工艺参数、报警阈值、联锁阈值修改和联锁投切、复位等权限进行分级管理，禁止随意修改。

3.1.3 基本过程控制系统的控制器、通信、电源等模块应冗余设置。要求冗余设置的测量仪表、最终元件等应配置在不同的输入输出（I/O）卡件上。安全仪表系统的测量仪表、逻辑控制器、最终元件等应独立于基本过程控制系统，安全仪表功能回路（SIF）应通过安全仪表完整性等级验证。

3.1.4 基本过程控制系统应对硝化工艺全流程的重点工艺参数进行实时监控，并具备远程调节、信息存储、连续记录、超限报警、联锁切断、紧急停车等功能。基本过程控制系统历史数据记录和视频监控录像的保存时间应分别不少于 90 天、30 天。

3.1.5 基本过程控制系统应设置双路不间断电源（UPS），双路 UPS 分列运行，且单路电源持续供电时间不少于 60 分钟。

3.1.6 硝化工艺全流程、硝化车间（装置）的基本过程控制系统应设置自动（紧急）停车功能；自动（紧急）停车功能应在操作员界面设置软件按钮，并在控制室和现场适当位置设置有显著标识的物理按钮。

3.1.7 硝化工艺全流程应根据反应安全风险评估和安全仪表完整性等级评估的要求，设置独立于基本过程控制系统的紧急停车功能，并具备紧急手动停车的功能。

3.1.8 硝化企业应按照《石油化工可燃气体和有毒气体检测报警设计标准》（GB/T 50493）规定，设置可燃和有毒气体检测报警器。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，且在硝化工艺装置停车或控制系统失效后，仍能有效进行检测报

警。

3.1.9 硝化车间（装置）、硝化物料储罐（仓库）和涉及硝化物料后处理的装置设施，应设置现场声光报警和远程视频监控。企业应根据自身工艺特点，将硝化反应温度、硝化物料储存温度等关键工艺参数报警与现场声光报警联动。

3.1.10 硝化车间（装置）设置有安全泄放与事故减缓措施的，在基本过程控制系统中应设置触发条件和报警，控制室应设置声光报警。安全泄放与事故减缓措施应实现远程控制（安全阀等泄压泄爆设施除外）。

3.1.11 硝化工艺全流程涉及冷、热媒切换的，应实现自动切换。

## **3.2 原料预处理**

3.2.1 涉及可燃、有毒等原料相变（如熔融、气化、升华等）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。

3.2.2 涉及固体加料工艺操作的，原则上应设置密闭、自动加料装置。其中在反应期间连续或分批加入反应釜的，应设置自动加料装置，并具备故障连锁停机功能。在惰性气体保护条件下仍具有爆炸危险性的物料（如硝化物料），不应使用气力输送系统。

3.2.3 有超温、超压风险的储存设施应设置温度、压力、搅拌电流（功率、转速）等工艺参数的监测、远传、报警，温度、压力应与冷（热）媒、泄放系统等连锁。

3.2.4 硝化车间（装置）内的计量槽或高位槽应设置高/低液位报警、高高液位联锁或设溢流管道。

3.2.5 混酸配制应设置物料流量（重量）、比例、温度、搅拌电流（功率）、搅拌转速等工艺参数的监测、远传、报警，温度应与冷媒等联锁。使用发烟硫酸配置混酸的应增加设置压力的监测、远传、报警，并设置爆破片或安全阀等安全措施。

### 3.3 反应工序

3.3.1 硝化反应釜只能用于硝化反应，不能用于其他用途。

3.3.2 硝化企业应优先开展工艺优化，降低工艺危险度等级。原则上应采用微通道反应器、管式反应器等先进技术装备，实现全流程自动化、连续化生产。

3.3.3 若国内、外相同工艺无采用微通道或管式反应器成功案例，且经工艺验证确实不具备采用微通道或管式反应器应用条件的，企业应对连续釜式工艺技术组织开展安全可靠论证，尽可能采取安全风险削减措施（如：减少反应釜容积、增设抗爆墙等），形成论证评估报告，报省级应急管理部门。

3.3.4 微通道、管式反应器应设置物料进口温度、进口压力、进口流量、反应器温度、出口温度、冷（热）媒温度、冷（热）媒压力（流量）等工艺参数的监测、远传；有关工艺参数应与并与物料进料系统、冷（热）媒联锁。

3.3.5 连续硝化反应釜应设置物料流量、温度、搅拌（循环泵）电流（功率、转速）、冷（热）媒温度、冷（热）媒压力（流量）、

冷却水 pH 值等工艺参数的监测、远传；有关工艺参数应与反应物料进料、硝化剂进料、冷（热）媒和泄放系统联锁。

3.3.6 硝化反应器单物料进料应设置流量超限联锁；多种物料同时进料的，物料间的流量应设置比例控制或超限联锁。

3.3.7 硝化反应器的搅拌（含循环泵）应设置后备电源供电。工艺危险度等级 3 级及以上的，后备电源应采用 EPS 应急电源供电。

3.3.8 硝化反应器紧急冷却系统与反应温度及冷媒温度和压力进行联锁，并能自动启动。

3.3.9 硝化反应器进料应设置可靠的双重切断装置，确保硝化反应器停机后自动切断进料。双重切断装置可采用调节球阀、开关阀、停进料泵等双重措施或措施组合，并与有关工艺参数进行联锁。

3.3.10 微通道、管式反应器原则上应优化工艺，确保硝化反应完全进行。确需老化釜进行老化（熟化）的，应确保微通道、管式反应器出料转化率达到 90% 以上，并严禁在老化釜补加硝化试剂。老化釜应设置温度、搅拌电流（功率、转速）、冷（热）媒温度、冷（热）媒压力（流量）、冷却水 pH 值等工艺参数的监测、远传。

3.3.11 硝化反应器物料进料顺序需明确，并针对进料泵及进料切断阀设置安全联锁。

3.3.12 在发生火灾、爆炸事故时可能相互影响的反应器、储

罐（槽）等之间，应设置自动隔断措施。

3.3.13 符合 135 号文附件 1.4《硝化工艺安全控制设计指导方案（试行）》的其他要求。

### **3.4 产品后处理**

3.4.1 涉及硝化物的熔融、干燥、萃取等单元的温度应实现监测、远传，并与冷（热）媒等联锁。

3.4.2 涉及硝化物的蒸（精）馏、浓缩单元的温度、压力、液位等工艺参数应实现监测、远传，并与冷（热）媒等联锁。根据蒸（精）馏过程风险评估结果，如果热媒温度超过  $T_{D24}$ ，涉及硝化物的蒸（精）馏釜、蒸（精）馏塔的再沸器等应配备紧急冷却系统。

3.4.3 微通道反应器的粗产品如需与废催化剂分离，分离系统应设温度监测、远传，并与紧急停车和泄放系统联锁。

3.4.4 蒸馏蒸发、吸收吸附、结晶、萃取、非均相分离、干燥、粉碎筛分等操作单元的自动化控制应符合 135 号文附件 2《山东省化工过程操作单元机械化、自动化设计指导方案（试行）》的要求。

### **3.5 产品包装**

3.5.1 硝化车间（装置）内的包装作业应采用自动化包装。

3.5.2 硝化车间（装置）外涉及具有爆炸、甲乙类火灾、中毒窒息等危险性的硝化物包装作业也应采用自动化包装，确因技术装备问题无法实现固态产品自动化包装的，企业应组织开展安全

可靠性论证，尽可能采取安全风险削减措施，形成论证评估报告，报市级应急管理部门。

### 3.6 危险化学品储运

3.6.1 储存硝化物（包括含硝化物的物料）的储罐（槽），应设置温度、液位、搅拌电流（转速）等工艺参数的监测、远传、报警和超限控制措施。

3.6.2 储存硝化物（包括含硝化物的物料）的库房应满足《危险化学品生产装置和储存设施风险基准》（GB 36894）、《危险化学品生产装置和储存设施外部安全防护距离确定方法》（GB/T 37243）对企业外部安全间距的要求，且应设置环境温度监控、强制通风、红外热成像监测报警和视频监控等安全设施。

3.6.3 构成重大危险源的危险化学品储罐区，应按照《危险化学品重大危险源监督管理暂行规定》（原国家安全监管总局令第40号）要求，设置自动化控制系统。其他危险化学品储罐应设置液位高、低超限报警和联锁控制措施。

3.6.4 公称直径大于或等于30m或公称容积大于或等于10000m<sup>3</sup>的储罐、储存Ⅰ级和Ⅱ级毒性液体的储罐、容量大于或等于1000 m<sup>3</sup>的甲B和乙A类可燃液体的储罐、容量大于或等于3000 m<sup>3</sup>的其他可燃液体储罐，其物料进出口管道靠近罐体处应设置紧急切断阀。

3.6.5 储存、输送等操作单元的自动化控制应符合135号文附件2《山东省化工过程操作单元机械化、自动化设计指导方案

（试行）》的要求。

### **3.7 公辅工程**

3.7.1 冷冻盐水、循环水等冷却系统应设置温度、压力异常报警和联锁自动停车等控制措施，冷却系统循环泵应设置备用泵，并具备自动启动功能。

3.7.2 导热油炉应设置出口温度、压力、流量异常等报警和联锁控制措施。导热油管道进入硝化车间（装置）处应设置紧急切断阀。

3.7.3 蒸汽系统应设置温度、压力异常报警和控制措施。热水罐应设置温度异常报警措施。

3.7.4 仪表气供气系统应设置压力异常报警和联锁自动停车等控制措施。仪表气应设置储气罐作为稳压、缓冲设备，仪表气源应满足断电或供气源故障等异常后不低于 30 分钟的供气要求。采用备用压缩机组或第二气源的，应具备自动启动功能。

3.7.5 涉及硝化工艺的公辅工程应根据工艺安全需要，设置自动启停、联锁切断等自动化控制措施。

## **4 仪表系统选用原则**

仪表系统选用应符合 135 号文附件 1.4《硝化工艺安全控制设计指导方案（试行）》4.4 仪表系统选用原则的要求。

## **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

面开展有针对性的培训，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。

## 硝化工艺全流程自动化改造验收检查表（一）

序号	内容	检查情况	备注
<b>一、通用规定</b>			
1	基本过程控制系统显示的带控制点的工艺流程图（如 DCS 流程界面）应符合工艺管道和仪表流程图（P&ID 图），并和现场一致；基本过程控制系统、安全仪表系统工艺参数设置、联锁逻辑应与工程设计文件和操作规程一致。		
2	基本过程控制系统、安全仪表系统应设置管理权限，对工艺参数、报警阈值、联锁阈值修改和联锁投切、复位等权限进行分级管理，禁止随意修改。		
3	基本过程控制系统的控制器、通信、电源等模块应冗余设置。要求冗余设置的测量仪表、最终元件等应配置在不同的输入输出（I/O）卡件上。安全仪表系统的测量仪表、逻辑控制器、最终元件等应独立于基本过程控制系统，安全仪表功能回路（SIF）应通过安全仪表完整性等级验证。		
4	基本过程控制系统应对硝化工艺全流程的重点工艺参数进行实时监控，并具备远程调节、信		

序号	内容	检查情况	备注
	息存储、连续记录、超限报警、联锁切断、紧急停车等功能。基本过程控制系统历史数据记录和视频监控录像的保存时间应分别不少于 90 天、30 天。		
5	基本过程控制系统应设置双路不间断电源（UPS），双路 UPS 分列运行，且单路电源持续供电时间不少于 60 分钟。		
6	硝化工艺全流程、硝化车间（装置）的基本过程控制系统应设置自动（紧急）停车功能；自动（紧急）停车功能应在操作员界面设置软件按钮，并在控制室和现场适当位置设置有显著标识的物理按钮。		
7	硝化工艺全流程应根据反应安全风险评估和安全仪表完整性等级评估的要求，设置独立于基本过程控制系统的紧急停车功能，并具备紧急手动停车的功能。		
8	硝化企业应按照《石油化工可燃气体和有毒气体检测报警设计标准》（GB/T 50493）规定，设置可燃和有毒气体检测报警器。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，且在硝化工艺装置停车或控制系统失效后，		

序号	内容	检查情况	备注
	仍能有效进行检测报警。		
9	硝化车间（装置）、硝化物料储罐（仓库）和涉及硝化物料后处理的装置设施，应设置现场声光报警和远程视频监控。企业应根据自身工艺特点，将硝化反应温度、硝化物料储存温度等关键工艺参数报警与现场声光报警联动。		
10	硝化车间（装置）设置有安全泄放与事故减缓措施的，在基本过程控制系统中应设置触发条件和报警，控制室应设置声光报警。安全泄放与事故减缓措施应实现远程控制（安全阀等泄压泄爆设施除外）。		
11	硝化工艺全流程涉及冷、热媒切换的，应实现自动切换。		
<b>二、原料预处理</b>			
12	涉及可燃、有毒等原料相变（如熔融、气化、升华等）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。		
13	涉及固体加料工艺操作的，原则上应设置密闭、自动加料装置。其中在反应期间连续或分批加入反应釜的，应设置自动加料装置，并具备故障联		

序号	内容	检查情况	备注
	锁停机功能。在惰性气体保护条件下仍具有爆炸危险性的物料（如硝化物料），不应使用气力输送系统。		
14	有超温、超压风险的储存设施应设置温度、压力、搅拌电流（功率、转速）等工艺参数的监测、远传、报警，温度、压力应与冷（热）媒、泄放系统等联锁。		
15	硝化车间（装置）内的计量槽或高位槽应设置高/低液位报警、高高液位联锁或设溢流管道。		
16	混酸配制应设置物料流量（重量）、比例、温度、搅拌电流（功率）、搅拌转速等工艺参数的监测、远传、报警，温度应与冷媒等联锁。使用发烟硫酸配置混酸的应增加设置压力的监测、远传、报警，并设置爆破片或安全阀等安全措施。		
<b>三、反应工序</b>			
17	硝化反应釜只能用于硝化反应，不能用于其他用途。		
18	硝化企业应优先开展工艺优化，降低工艺危险度等级。原则上应采用微通道反应器、管式反应器等先进技术装备，实现全流程自动化、连续化生产。		

序号	内容	检查情况	备注
19	若国内、外相同工艺无采用微通道或管式反应器成功案例,且经工艺验证确实不具备采用微通道或管式反应器应用条件的,企业应对连续釜式工艺技术组织开展安全可靠论证,尽可能采取安全风险削减措施(如:减少反应釜容积、增设抗爆墙等),形成论证评估报告,报省级应急管理部门。		
20	微通道、管式反应器应设置物料进口温度、进口压力、进口流量、反应器温度、出口温度、冷(热)媒温度、冷(热)媒压力(流量)等工艺参数的监测、远传;有关工艺参数应与并与物料进料系统、冷(热)媒联锁。		
21	连续硝化反应釜应设置物料流量、温度、搅拌(循环泵)电流(功率、转速)、冷(热)媒温度、冷(热)媒压力(流量)、冷却水 pH 值等工艺参数的监测、远传;有关工艺参数应与反应物料进料、硝化剂进料、冷(热)媒和泄放系统联锁。		
22	硝化反应器单物料进料应设置流量超限联锁;多种物料同时进料的,物料间的流量应设置比例控制或超限联锁。		
23	硝化反应器的搅拌(含循环泵)应设置后备电源		

序号	内容	检查情况	备注
	供电。工艺危险度等级 3 级及以上的，后备电源应采用 EPS 应急电源供电。		
24	硝化反应器紧急冷却系统与反应温度及冷媒温度和压力进行联锁，并能自动启动。		
25	硝化反应器进料应设置可靠的双重切断装置，确保硝化反应器停机后自动切断进料。双重切断装置可采用调节球阀、开关阀、停进料泵等双重措施或措施组合，并与有关工艺参数进行联锁。		
26	微通道、管式反应器原则上应优化工艺，确保硝化反应完全进行。确需老化釜进行老化（熟化）的，应确保微通道、管式反应器出料转化率达到 90%以上，并严禁在老化釜补加硝化试剂。老化釜应设置温度、搅拌电流（功率、转速）、冷（热）媒温度、冷（热）媒压力（流量）、冷却水 pH 值等工艺参数的监测、远传。		
27	硝化反应器物料进料顺序需明确，并针对进料泵及进料切断阀设置安全联锁。		
28	在发生火灾、爆炸事故时可能相互影响的反应器、储罐（槽）等之间，应设置自动隔断措施。		
29	符合 135 号文附件 1.4《硝化工艺安全控制设计指导方案（试行）》的其他要求。		

序号	内容	检查情况	备注
<b>四、产品后处理</b>			
30	涉及硝化物的熔融、干燥、萃取等单元的温度应实现监测、远传，并与冷（热）媒等联锁。		
31	涉及硝化物的蒸（精）馏、浓缩单元的温度、压力、液位等工艺参数应实现监测、远传，并与冷（热）媒等联锁。根据蒸（精）馏过程风险评估结果，如果热媒温度超过 $T_{D24}$ ，涉及硝化物的蒸（精）馏釜、蒸（精）馏塔的再沸器等应配备紧急冷却系统。		
32	微通道反应器的粗产品如需与废催化剂分离，分离系统应设温度监测、远传，并与紧急停车和泄放系统联锁。		
33	蒸馏蒸发、吸收吸附、结晶、萃取、非均相分离、干燥、粉碎筛分等操作单元的自动化控制应符合 135 号文附件 2《山东省化工过程操作单元机械化、自动化设计指导方案（试行）》的要求： （1）进料、出料、操作过程应实现机械化、自动化。 （2）操作单元应实现集中控制。		
<b>五、产品包装</b>			

序号	内容	检查情况	备注
34	硝化车间（装置）内的包装作业应采用自动化包装。		
35	硝化车间（装置）外涉及具有爆炸、甲乙类火灾、中毒窒息等危险性的硝化物包装作业也应采用自动化包装，确因技术装备问题无法实现固态产品自动化包装的，企业应组织开展安全可靠论证，尽可能采取安全风险削减措施，形成论证评估报告，报市级应急管理部门。		
<b>六、危险化学品储运</b>			
36	储存硝化物（包括含硝化物的物料）的储罐（槽），应设置温度、液位、搅拌电流（转速）等工艺参数的监测、远传、报警和超限控制措施。		
37	储存硝化物（包括含硝化物的物料）的库房应满足《危险化学品生产装置和储存设施风险基准》（GB 36894）、《危险化学品生产装置和储存设施外部安全防护距离确定方法》（GB/T 37243）对企业外部安全间距的要求，且应设置环境温度监控、强制通风、红外热成像监测报警和视频监控等安全设施。		
38	构成重大危险源的危险化学品储罐区，应按照		

序号	内容	检查情况	备注
	《危险化学品重大危险源监督管理暂行规定》（原国家安全监管总局令第40号）要求，设置自动化控制系统。其他危险化学品储罐应设置液位高、低超限报警和联锁控制措施。		
39	公称直径大于或等于30m或公称容积大于或等于10000m <sup>3</sup> 的储罐、储存I级和II级毒性液体的储罐、容量大于或等于1000m <sup>3</sup> 的甲B和乙A类可燃液体的储罐、容量大于或等于3000m <sup>3</sup> 的其他可燃液体储罐，其物料进出口管道靠近罐体处应设置紧急切断阀。		
40	储存、输送等操作单元的自动化控制应符合135号文附件2《山东省化工过程操作单元机械化、自动化设计指导方案（试行）》的要求。 （1）固体、气体、液体的储存、输送等过程应实现机械化、自动化。 （2）储存、输送等操作单元应实现集中控制。		
<b>七、公辅工程</b>			
41	冷冻盐水、循环水等冷却系统应设置温度、压力异常报警和联锁自动停车等控制措施，冷却系统循环泵应设置备用泵，并具备自动启动功能。		

序号	内容	检查情况	备注
42	导热油炉应设置出口温度、压力、流量异常等报警和联锁控制措施。导热油管道进入硝化车间（装置）处应设置紧急切断阀。		
43	蒸汽系统应设置温度、压力异常报警和控制措施。热水罐应设置温度异常报警措施。		
44	仪表气供气系统应设置压力异常报警和联锁自动停车等控制措施。仪表气应设置储气罐作为稳压、缓冲设备，仪表气源应满足断电或供气源故障等异常后不低于 30 分钟的供气要求。采用备用压缩机组或第二气源的，应具备自动启动功能。		
45	涉及硝化工艺的公辅工程应根据工艺安全需要，设置自动启停、联锁切断等自动化控制措施。		

## 硝化工艺装置全流程自动化改造验收检查表（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

## 附件 2

# 山东省化工企业氯化工艺全流程自动化 改造验收指南

(试行)

## 1 适用范围

适用于全省现有涉及氯化工艺的化工、医药企业（以下简称氯化企业）开展氯化工艺装置全流程自动化改造的验收工作。全流程自动化是指从原料投入生产开始、到最终产品产出为止的全过程均实现自动化控制，通常包括氯化工艺装置及与其存在上下游关系的原料预处理、分步化学反应、产品后处理及储存、包装等工序的自动化控制。

新建、扩建、改建氯化工艺装置的全流程自动化也应符合本指南的有关要求。

## 2 总则

2.1 自动化控制应满足《重点监管危险化工工艺目录（2013年完整版）》（安监总管三〔2013〕3号）和《关于加强化工安全仪表系统管理的指导意见》（安监总管三〔2014〕116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）报告和安全完整性等级（SIL）定级报告对自动化控制提出的对策措施。

2.2 氯化企业应参照《精细化工反应安全风险评估规范》

(GB/T 42300) 要求, 完成全流程(不含公用工程)反应安全风险评估, 对原料、中间产物、产品及副产物进行热稳定性测试, 对蒸(精)馏、干燥、储存等单元操作进行安全风险评估。根据安全风险评估结果与建议, 设置相应的自动化措施。

2.3 氯化企业应按照《全省危险化学品安全生产“机械化换人、自动化减人”工作方案》(鲁应急字〔2021〕135号, 以下简称135号文)的要求实施“机械化换人、自动化减人”, 实现全流程自动化控制。

2.4 氯化企业全流程自动化改造工作应委托具有工程设计综合甲级资质或化工石化医药行业(专业)工程设计甲级资质的设计单位进行设计。

### 3 自动化控制要点

#### 3.1 通用规定

3.1.1 基本过程控制系统显示的带控制点的工艺流程图(如DCS流程界面)应符合工艺管道和仪表流程图(P&ID图), 并和现场一致; 基本过程控制系统、安全仪表系统工艺参数设置、联锁逻辑应与工程设计文件和操作规程一致。

3.1.2 基本过程控制系统、安全仪表系统应设置管理权限, 对工艺参数、报警阈值、联锁阈值修改和联锁投切、复位等权限进行分级管理, 禁止随意修改。

3.1.3 基本过程控制系统应对氯化工艺全流程的重点工艺参数进行实时监控, 并具备远程调节、信息存储、连续记录、超限

报警、联锁切断、紧急停车等功能。基本过程控制系统历史数据记录和视频监控录像的保存时间应不少于 30 天。

3.1.4 基本过程控制系统应设置不间断电源（UPS），电源持续供电时间不少于 30 分钟，并应满足应急处置要求。

3.1.5 氯化工艺应根据反应安全风险评估和安全仪表完整性等级评估的要求，设置独立于基本过程控制系统的紧急停车功能，并具备紧急手动停车的功能。

3.1.6 氯化企业应按照《石油化工可燃气体和有毒气体检测报警设计标准》（GB/T 50493）规定，设置可燃和有毒气体检测报警器。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，且在氯化工艺装置停车或控制系统失效后，仍能有效进行检测报警。

3.1.7 氯化车间（装置）设置有安全泄放与事故减缓措施的，在基本过程控制系统中应设置触发条件和报警。安全泄放与事故减缓措施应实现远程控制（安全阀等泄压泄爆设施除外）。

3.1.8 氯化工艺涉及冷、热媒切换操作的，应实现自动切换。

3.1.9 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。

## **3.2 原料预处理**

3.2.1 涉及可燃、有毒等原料相变（如熔融、气化、升华等）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。

3.2.2 涉及固体加料工艺操作的，原则上应设置密闭、自动加料装置。其中在反应期间连续或分批加入反应釜的，应设置自动加料装置，并具备故障联锁停机功能。在惰性气体保护条件下仍具有爆炸危险性的物料，不应使用气力输送系统。

3.2.3 有超温、超压风险的储存设施应设置温度、压力、搅拌电流（功率、转速）等工艺参数的监测、远传、报警，温度、压力应与冷（热）媒、泄放系统等联锁。

3.2.4 氯化车间（装置）内的计量槽或高位槽应设置高/低液位报警、高高液位联锁或设溢流管道。

3.2.5 使用氯气作为生产原料时，应设置气化压力、温度自动调节装置，气化压力与进料调节阀联锁控制，气化温度与蒸汽（热水）调节阀联锁控制。

### **3.3 反应工序**

3.3.1 氯化企业应优先开展工艺优化，降低工艺危险度等级。鼓励采用微通道反应器、管式反应器等先进技术装备，实现全流程自动化、连续化生产。

3.3.2 氯化反应釜应设温度、压力、液位（称重）、搅拌（循环泵）电流（功率、转速）、进料流量、参加反应物质的配料比、冷（热）媒压力（流量）等工艺参数的监测、远传；有关工艺参数应与反应物料进料、氯化剂进料、冷（热）媒和泄放系统联锁。

3.3.3 氯化反应釜紧急冷却系统与反应温度进行联锁，并能自动启动。

3.3.4 符合 135 号文附件 1.3 《氯化工艺安全控制设计指导方案（试行）》的其他要求。

### **3.4 产品后处理**

3.4.1 反应产物因酸解、碱解（仅调节 pH 值的除外）、萃取、脱色、蒸发、结晶等涉及加热工艺过程的，当热媒温度高于设备内介质沸点的，应设置温度自动监测、远传、报警，温度高高报警与热媒联锁切断。

3.4.2 涉及氯化物的蒸（精）馏、浓缩单元的温度、压力、液位等工艺参数应实现监测、远传，并与冷（热）媒等联锁。根据蒸（精）馏过程风险评估结果，如果热媒温度超过  $T_{D24}$ ，涉及氯化物的蒸（精）馏釜、蒸（精）馏塔的再沸器等应配备紧急冷却系统。

3.4.3 蒸馏蒸发、吸收吸附、结晶、萃取、非均相分离、干燥、粉碎筛分等操作单元的自动化控制应符合 135 号文附件 2 《山东省化工过程操作单元机械化、自动化设计指导方案（试行）》的要求。

### **3.5 产品包装**

3.5.1 氯化车间（装置）内的包装作业应采用自动化包装。

3.5.2 氯化车间（装置）外涉及具有爆炸、甲乙类火灾、中毒窒息等危险性的氯化物包装作业也应采用自动化包装，确因技术装备问题无法实现固态产品自动化包装的，企业应组织开展安全可靠论证，尽可能采取安全风险削减措施，形成论证评估报告，

报市级应急管理部门。

### **3.6 危险化学品储运**

3.6.1 气体氯化剂储罐应设置温度、压力等工艺参数的监测、远传、报警和超限控制措施。

3.6.2 构成重大危险源的危险化学品储罐区，应按照《危险化学品重大危险源监督管理暂行规定》（原国家安全监管总局令第40号）要求，设置自动化控制系统。其他危险化学品储罐应设置液位高、低超限报警和联锁控制措施。

3.6.3 公称直径大于或等于 30m 或公称容积大于或等于 10000m<sup>3</sup> 的储罐、储存 I 级和 II 级毒性液体的储罐、容量大于或等于 1000 m<sup>3</sup> 的甲 B 和乙 A 类可燃液体的储罐、容量大于或等于 3000 m<sup>3</sup> 的其他可燃液体储罐，其物料进出口管道靠近罐体处应设置紧急切断阀。

3.6.4 符合《山东省液氯储存装置及其配套设施安全改造和液氯泄漏应急处置指南》（鲁安办发〔2023〕14号）的要求。

3.6.5 储存、输送等操作单元的自动化控制应符合 135 号文附件 2《山东省化工过程操作单元机械化、自动化设计指导方案（试行）》的要求。

### **3.7 公辅工程**

3.7.1 冷冻盐水、循环水等冷却系统应设置温度、压力异常报警措施，冷却系统循环泵应设置备用泵。

3.7.2 导热油炉应设置出口温度、压力、流量异常等报警和联

锁控制措施。导热油管道进入氯化车间（装置）处应设置紧急切断阀。

3.7.3 蒸汽系统应设置温度、压力异常报警和控制措施。热水罐应设置温度异常报警措施。

3.7.4 仪表气供气系统应设置压力异常报警措施。仪表气应设置储气罐作为稳压、缓冲设备，仪表气源应满足断电或供气源故障等异常后不低于 15 分钟并应满足应急处理的供气要求。

3.7.5 涉及氯化工艺的公辅工程应根据工艺安全需要，设置自动启停、联锁切断等自动化控制措施。

#### 4 仪表系统选用原则

仪表系统选用应符合 135 号文附件 1.3《氯化工艺安全控制设计指导方案（试行）》4.4 仪表系统选用原则的要求。

#### 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，对相关人员全面开展有针对性的培训，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。

## 氯化工艺全流程自动化改造验收检查表（一）

序号	内容	检查情况	备注
<b>一、通用规定</b>			
1	基本过程控制系统显示的带控制点的工艺流程图（如 DCS 流程界面）应符合工艺管道和仪表流程图（P&ID 图），并和现场一致；基本过程控制系统、安全仪表系统工艺参数设置、联锁逻辑应与工程设计文件和操作规程一致。		
2	基本过程控制系统、安全仪表系统应设置管理权限，对工艺参数、报警阈值、联锁阈值修改和联锁投切、复位等权限进行分级管理，禁止随意修改。		
3	基本过程控制系统应对氯化工艺全流程的重点工艺参数进行实时监控，并具备远程调节、信息存储、连续记录、超限报警、联锁切断、紧急停车等功能。基本过程控制系统历史数据记录和视频监控录像的保存时间应不少于 30 天。		
4	基本过程控制系统应设置不间断电源（UPS），电源持续供电时间不少于 30 分钟，并应满足应急处置要求。		
5	氯化工艺应根据反应安全风险评估和安全仪表		

序号	内容	检查情况	备注
	完整性等级评估的要求，设置独立于基本过程控制系统的紧急停车功能，并具备紧急手动停车的功能。		
6	氯化企业应按照《石油化工可燃气体和有毒气体检测报警设计标准》（GB/T 50493）规定，设置可燃和有毒气体检测报警器。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，且在氯化工艺装置停车或控制系统失效后，仍能有效进行检测报警。		
7	氯化车间（装置）设置有安全泄放与事故减缓措施的，在基本过程控制系统中应设置触发条件和报警。安全泄放与事故减缓措施应实现远程控制（安全阀等泄压泄爆设施除外）。		
8	氯化工艺涉及冷、热媒切换操作的，应实现自动切换。		
9	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。		
<b>二、原料预处理</b>			
10	涉及可燃、有毒等原料相变（如熔融、气化、升华等）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		

序号	内容	检查情况	备注
	泄放系统联锁。		
11	涉及固体加料工艺操作的，原则上应设置密闭、自动加料装置。其中在反应期间连续或分批加入反应釜的，应设置自动加料装置，并具备故障联锁停机功能。在惰性气体保护条件下仍具有爆炸危险性的物料，不应使用气力输送系统。		
12	有超温、超压风险的储存设施应设置温度、压力、搅拌电流（功率、转速）等工艺参数的监测、远传、报警，温度、压力应与冷（热）媒、泄放系统等联锁。		
13	氯化车间（装置）内的计量槽或高位槽应设置高/低液位报警、高高液位联锁或设溢流管道。		
14	使用氯气作为生产原料时，应设置气化压力、温度自动调节装置，气化压力与进料调节阀联锁控制，气化温度与蒸汽（热水）调节阀联锁控制。		
<b>三、反应工序</b>			
15	氯化企业应优先开展工艺优化，降低工艺危险度等级。鼓励采用微通道反应器、管式反应器等先进技术装备，实现全流程自动化、连续化生产。		

序号	内容	检查情况	备注
16	氯化反应釜应设温度、压力、液位（称重）、搅拌（循环泵）电流（功率、转速）、进料流量、参加反应物质的配料比、冷（热）媒压力（流量）等工艺参数的监测、远传；有关工艺参数应与反应物料进料、氯化剂进料、冷（热）媒和泄放系统联锁。		
17	氯化反应釜紧急冷却系统与反应温度进行联锁，并能自动启动。		
18	符合 135 号文附件 1.3 《氯化工艺安全控制设计指导方案（试行）》的其他要求。		
<b>四、产品后处理</b>			
19	反应产物因酸解、碱解（仅调节 pH 值的除外）、萃取、脱色、蒸发、结晶等涉及加热工艺过程的，当热媒温度高于设备内介质沸点的，应设置温度自动监测、远传、报警，温度高高报警与热媒联锁切断。		
20	涉及氯化物的蒸（精）馏、浓缩单元的温度、压力、液位等工艺参数应实现监测、远传，并与冷（热）媒等联锁。根据蒸（精）馏过程风险评估结果，如果热媒温度超过 $T_{D24}$ ，涉及氯化物的蒸（精）馏釜、蒸（精）馏塔的再沸器等应配备紧		

序号	内容	检查情况	备注
	急冷却系统。		
21	<p>蒸馏蒸发、吸收吸附、结晶、萃取、非均相分离、干燥、粉碎筛分等操作单元的自动化控制应符合135号文附件2《山东省化工过程操作单元机械化、自动化设计指导方案（试行）》的要求：</p> <p>（1）进料、出料、操作过程应实现机械化、自动化。</p> <p>（2）操作单元应实现集中控制。</p>		
<b>五、产品包装</b>			
22	氯化车间（装置）内的包装作业应采用自动化包装。		
23	氯化车间（装置）外涉及具有爆炸、 <b>甲乙类火灾、中毒窒息等危险性</b> 的氯化物包装作业也应采用自动化包装，确因技术装备问题无法实现固态产品自动化包装的，企业应组织开展安全可靠论证，尽可能采取安全风险削减措施，形成论证评估报告，报市级应急管理部门。		
<b>六、危险化学品储运</b>			
24	气体氯化剂储罐应设置温度、压力等工艺参数		

序号	内容	检查情况	备注
	的监测、远传、报警和超限控制措施。		
25	构成重大危险源的危险化学品储罐区，应按照《危险化学品重大危险源监督管理暂行规定》（原国家安全监管总局令第40号）要求，设置自动化控制系统。其他危险化学品储罐应设置液位高、低超限报警和联锁控制措施。		
26	公称直径大于或等于30m或公称容积大于或等于10000m <sup>3</sup> 的储罐、储存I级和II级毒性液体的储罐、容量大于或等于1000m <sup>3</sup> 的甲B和乙A类可燃液体的储罐、容量大于或等于3000m <sup>3</sup> 的其他可燃液体储罐，其物料进出口管道靠近罐体处应设置紧急切断阀。		
27	符合《山东省液氯储存装置及其配套设施安全改造和液氯泄漏应急处置指南》（鲁安办发〔2023〕14号）中的要求。		
28	<p>储存、输送等操作单元的自动化控制应符合135号文附件2《山东省化工过程操作单元机械化、自动化设计指导方案（试行）》的要求。</p> <p>（1）固体、气体、液体的储存、输送等过程应实现机械化、自动化。</p> <p>（2）储存、输送等操作单元应实现集中控制。</p>		

序号	内容	检查情况	备注
<b>七、公辅工程</b>			
29	冷冻盐水、循环水等冷却系统应设置温度、压力异常报警措施，冷却系统循环泵应设置备用泵。		
30	导热油炉应设置出口温度、压力、流量异常等报警和联锁控制措施。导热油管道进入氯化车间（装置）处应设置紧急切断阀。		
31	蒸汽系统应设置温度、压力异常报警和控制措施。热水罐应设置温度异常报警措施。		
32	仪表气供气系统应设置压力异常报警措施。仪表气应设置储气罐作为稳压、缓冲设备，仪表气源应满足断电或供气源故障等异常后不低于15分钟并应满足应急处理的供气要求。		
33	涉及氯化工艺的公辅工程应根据工艺安全需要，设置自动启停、联锁切断等自动化控制措施。		

## 氯化工艺装置全流程自动化改造验收检查表（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

## 附件 3

# 山东省化工企业氟化工艺全流程自动化 改造验收指南

(试行)

## 1 适用范围

适用于全省现有涉及氟化工艺的化工、医药企业（以下简称氟化企业）开展氟化工艺装置全流程自动化改造的验收工作。全流程自动化是指从原料投入生产开始、到最终产品产出为止的全过程均实现自动化控制，通常包括氟化工艺装置及与其存在上下游关系的原料预处理、分步化学反应、产品后处理及储存、包装等工序的自动化控制。

新建、扩建、改建氟化工艺装置的全流程自动化也应符合本指南的有关要求。

## 2 总则

2.1 自动化控制应满足《重点监管危险化工工艺目录（2013年完整版）》（安监总管三〔2013〕3号）和《关于加强化工安全仪表系统管理的指导意见》（安监总管三〔2014〕116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）报告和安全完整性等级（SIL）定级报告对自动化控制提出的对策措施。

2.2 氟化企业应参照《精细化工反应安全风险评估规范》

(GB/T 42300) 要求, 完成全流程(不含公用工程)反应安全风险评估, 对原料、中间产物、产品及副产物进行热稳定性测试, 对蒸(精)馏、干燥、储存等单元操作进行安全风险评估。根据安全风险评估结果与建议, 设置相应的自动化措施。

2.3 氟化企业应按照《全省危险化学品安全生产“机械化换人、自动化减人”工作方案》(鲁应急字〔2021〕135号, 以下简称135号文)的要求实施“机械化换人、自动化减人”, 实现全流程自动化控制。

2.4 氟化企业全流程自动化改造工作应委托具有工程设计综合甲级资质或化工石化医药行业(专业)工程设计甲级资质的设计单位进行设计。

### 3 自动化控制要点

#### 3.1 通用规定

3.1.1 基本过程控制系统显示的带控制点的工艺流程图(如DCS流程界面)应符合工艺管道和仪表流程图(P&ID图), 并和现场一致; 基本过程控制系统、安全仪表系统工艺参数设置、联锁逻辑应与工程设计文件和操作规程一致。

3.1.2 基本过程控制系统、安全仪表系统应设置管理权限, 对工艺参数、报警阈值、联锁阈值修改和联锁投切、复位等权限进行分级管理, 禁止随意修改。

3.1.3 基本过程控制系统应对氟化工艺全流程的重点工艺参数进行实时监控, 并具备远程调节、信息存储、连续记录、超限

报警、联锁切断、紧急停车等功能。基本过程控制系统历史数据记录和视频监控录像的保存时间应不少于 30 天。

3.1.4 基本过程控制系统应设置不间断电源（UPS），电源持续供电时间不少于 30 分钟，并应满足应急处置要求。

3.1.5 氟化工艺应根据反应安全风险评估和安全仪表完整性等级评估的要求，设置独立于基本过程控制系统的紧急停车功能，并具备紧急手动停车的功能。

3.1.6 氟化企业应按照《石油化工可燃气体和有毒气体检测报警设计标准》（GB/T 50493）规定，设置可燃和有毒气体检测报警器。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，且在氟化工艺装置停车或控制系统失效后，仍能有效进行检测报警。

3.1.7 氟化车间（装置）设置有安全泄放与事故减缓措施的，在基本过程控制系统中应设置触发条件和报警。安全泄放与事故减缓措施应实现远程控制（安全阀等泄压泄爆设施除外）。

3.1.8 氟化工艺涉及冷、热媒切换操作的，应实现自动切换。

3.1.9 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。

## 3.2 原料预处理

3.2.1 涉及可燃、有毒等原料相变（如熔融、气化、升华等）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。

3.2.2 涉及固体加料工艺操作的，原则上应设置密闭、自动加料装置。其中在反应期间连续或分批加入反应釜的，应设置自动加料装置，并具备故障联锁停机功能。在惰性气体保护条件下仍具有爆炸危险性的物料，不应使用气力输送系统。

3.2.3 有超温、超压风险的储存设施应设置温度、压力、搅拌电流（功率、转速）等工艺参数的监测、远传、报警，温度、压力应与冷（热）媒、泄放系统等联锁。

3.2.4 氟化车间（装置）内的计量槽或高位槽应设置高/低液位报警、高高液位联锁或设溢流管道。

### **3.3 反应工序**

3.3.1 氟化企业应优先开展工艺优化，降低工艺危险度等级。鼓励采用微通道反应器、管式反应器等先进技术装备，实现全流程自动化、连续化生产。

3.3.2 氟化反应釜应设温度、压力、液位（称重）、搅拌（循环泵）电流（功率、转速）、进料流量、参加反应物质的配料比、冷（热）媒压力（流量）等工艺参数的监测、远传；有关工艺参数应与反应物料进料、氟化剂进料、冷（热）媒和泄放系统联锁。

3.3.3 氟化反应釜紧急冷却系统与反应温度进行联锁，并能自动启动。

3.3.4 符合 135 号文附件 1.7《氟化工艺安全控制设计指导方案（试行）》的其他要求。

### **3.4 产品后处理**

3.4.1 反应产物因酸解、碱解（仅调节 pH 值的除外）、萃取、脱色、蒸发、结晶等涉及加热工艺过程的，当热媒温度高于设备内介质沸点的，应设置温度自动监测、远传、报警，温度高高报警与热媒联锁切断。

3.4.2 涉及氟化物的蒸（精）馏、浓缩单元的温度、压力、液位等工艺参数应实现监测、远传，并与冷（热）媒等联锁。根据蒸（精）馏过程风险评估结果，如果热媒温度超过  $T_{D24}$ ，涉及氟化物的蒸（精）馏釜、蒸（精）馏塔的再沸器等应配备紧急冷却系统。

3.4.3 蒸馏蒸发、吸收吸附、结晶、萃取、非均相分离、干燥、粉碎筛分等操作单元的自动化控制应符合 135 号文附件 2《山东省化工过程操作单元机械化、自动化设计指导方案（试行）》的要求。

### **3.5 产品包装**

3.5.1 氟化车间（装置）内的包装作业应采用自动化包装。

3.5.2 氟化车间（装置）外涉及具有爆炸、甲乙类火灾、中毒窒息等危险性的氟化物包装作业也应采用自动化包装，确因技术装备问题无法实现固态产品自动化包装的，企业应组织开展安全可靠论证，尽可能采取安全风险削减措施，形成论证评估报告，报市级应急管理部门。

### **3.6 危险化学品储运**

3.6.1 构成重大危险源的无水氟化氢、氟气储存设施，鼓励实

施封闭化管理，并设置报警、自动处置设施。

3.6.2 气体氟化剂储罐应设置温度、压力等工艺参数的监测、远传、报警和超限控制措施。

3.6.3 构成重大危险源的危险化学品储罐区，应按照《危险化学品重大危险源监督管理暂行规定》（原国家安全监管总局令第40号）要求，设置自动化控制系统。其他危险化学品储罐应设置液位高、低超限报警和联锁控制措施。

3.6.4 公称直径大于或等于30m或公称容积大于或等于10000m<sup>3</sup>的储罐、储存I级和II级毒性液体的储罐、容量大于或等于1000m<sup>3</sup>的甲B和乙A类可燃液体的储罐、容量大于或等于3000m<sup>3</sup>的其他可燃液体储罐，其物料进出口管道靠近罐体处应设置紧急切断阀。

3.6.5 储存、输送等操作单元的自动化控制应符合135号文附件2《山东省化工过程操作单元机械化、自动化设计指导方案（试行）》的要求。

### **3.7 公辅工程**

3.7.1 冷冻盐水、循环水等冷却系统应设置温度、压力异常报警措施，冷却系统循环泵应设置备用泵。

3.7.2 导热油炉应设置出口温度、压力、流量异常等报警和控制措施。导热油管道进入氟化车间（装置）处应设置紧急切断阀。

3.7.3 蒸汽系统应设置温度、压力异常报警和控制措施。热水罐应设置温度异常报警措施。

3.7.4 仪表气供气系统应设置压力异常报警措施。仪表气应设置储气罐作为稳压、缓冲设备，仪表气源应满足断电或供气源故障等异常后不低于 15 分钟并应满足应急处理的供气要求。

3.7.5 涉及氟化工艺的公辅工程应根据工艺安全需要，设置自动启停、联锁切断等自动化控制措施。

#### **4 仪表系统选用原则**

仪表系统选用应符合 135 号文附件 1.7《氟化工艺安全控制设计指导方案（试行）》4.4 仪表系统选用原则的要求。

#### **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。

## 氟化工艺全流程自动化改造验收检查表（一）

序号	内容	检查情况	备注
<b>一、通用规定</b>			
1	基本过程控制系统显示的带控制点的工艺流程图（如 DCS 流程界面）应符合工艺管道和仪表流程图（P&ID 图），并和现场一致；基本过程控制系统、安全仪表系统工艺参数设置、联锁逻辑应与工程设计文件和操作规程一致。		
2	基本过程控制系统、安全仪表系统应设置管理权限，对工艺参数、报警阈值、联锁阈值修改和联锁投切、复位等权限进行分级管理，禁止随意修改。		
3	基本过程控制系统应对氟化工艺全流程的重点工艺参数进行实时监控，并具备远程调节、信息存储、连续记录、超限报警、联锁切断、紧急停车等功能。基本过程控制系统历史数据记录和视频监控录像的保存时间应不少于 30 天。		
4	基本过程控制系统应设置不间断电源（UPS），电源持续供电时间不少于 30 分钟，并应满足应急处置要求。		
5	氟化工艺应根据反应安全风险评估和安全仪表		

	完整性等级评估的要求，设置独立于基本过程控制系统的紧急停车功能，并具备紧急手动停车的功能。		
6	氟化企业应按照《石油化工可燃气体和有毒气体检测报警设计标准》（GB/T 50493）规定，设置可燃和有毒气体检测报警器。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，且在氟化工艺装置停车或控制系统失效后，仍能有效进行检测报警。		
7	氟化车间（装置）设置有安全泄放与事故减缓措施的，在基本过程控制系统中应设置触发条件和报警。安全泄放与事故减缓措施应实现远程控制（安全阀等泄压泄爆设施除外）。		
8	氟化工艺涉及冷、热媒切换操作的，应实现自动切换。		
9	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。		
<b>二、原料预处理</b>			
10	涉及可燃、有毒等原料相变（如熔融、气化、升华等）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。		

11	涉及固体加料工艺操作的，原则上应设置密闭、自动加料装置。其中在反应期间连续或分批加入反应釜的，应设置自动加料装置，并具备故障连锁停机功能。在惰性气体保护条件下仍具有爆炸危险性的物料，不应使用气力输送系统。		
12	有超温、超压风险的储存设施应设置温度、压力、搅拌电流（功率、转速）等工艺参数的监测、远传、报警，温度、压力应与冷（热）媒、泄放系统等连锁。		
13	氟化车间（装置）内的计量槽或高位槽应设置高/低液位报警、高高液位连锁或设溢流管道。		
<b>三、反应工序</b>			
14	氟化企业应优先开展工艺优化，降低工艺危险度等级。鼓励采用微通道反应器、管式反应器等先进技术装备，实现全流程自动化、连续化生产。		
15	氟化反应釜应设温度、压力、液位（称重）、搅拌（循环泵）电流（功率、转速）、进料流量、参加反应物质的配料比、冷（热）媒压力（流量）等工艺参数的监测、远传；有关工艺参数应与反应物料进料、氟化剂进料、冷（热）媒和泄放系统连锁。		
16	氟化反应釜紧急冷却系统与反应温度进行连锁，		

	并能自动启动。		
17	符合 135 号文附件 1.7《氟化工艺安全控制设计指导方案（试行）》的其他要求。		
<b>四、产品后处理</b>			
18	反应产物因酸解、碱解（仅调节 pH 值的除外）、萃取、脱色、蒸发、结晶等涉及加热工艺过程的，当热媒温度高于设备内介质沸点的，应设置温度自动监测、远传、报警，温度高高报警与热媒连锁切断。		
19	涉及氟化物的蒸（精）馏、浓缩单元的温度、压力、液位等工艺参数应实现监测、远传，并与冷（热）媒等连锁。根据蒸（精）馏过程风险评估结果，如果热媒温度超过 $T_{D24}$ ，涉及氟化物的蒸（精）馏釜、蒸（精）馏塔的再沸器等应配备紧急冷却系统。		
20	蒸馏蒸发、吸收吸附、结晶、萃取、非均相分离、干燥、粉碎筛分等操作单元的自动化控制应符合 135 号文附件 2《山东省化工过程操作单元机械化、自动化设计指导方案（试行）》的要求： （1）进料、出料、操作过程应实现机械化、自动化。 （2）操作单元应实现集中控制。		

<b>五、产品包装</b>			
21	氟化车间（装置）内的包装作业应采用自动化包装。		
22	氟化车间（装置）外涉及具有爆炸、 <b>甲乙类火灾、中毒窒息等危险性的氟化物</b> 包装作业也应采用自动化包装，确因技术装备问题无法实现固态产品自动化包装的，企业应组织开展安全可靠论证，尽可能采取安全风险削减措施，形成论证评估报告，报市级应急管理部门。		
<b>六、危险化学品储运</b>			
23	构成重大危险源的无水氟化氢、氟气储存设施，鼓励实施封闭化管理，并设置报警、自动处置设施。		
24	气体氟化剂储罐应设置温度、压力等工艺参数的监测、远传、报警和超限控制措施。		
25	构成重大危险源的危险化学品储罐区，应按照《危险化学品重大危险源监督管理暂行规定》（原国家安全监管总局令第40号）要求，设置自动化控制系统。其他危险化学品储罐应设置液位高、低超限报警和联锁控制措施。		
26	公称直径大于或等于 30m 或公称容积大于或等于 10000m <sup>3</sup> 的储罐、储存 I 级和 II 级毒性液体的		

	储罐、容量大于或等于 1000m <sup>3</sup> 的甲 B 和乙 A 类可燃液体的储罐、容量大于或等于 3000 m <sup>3</sup> 的其他可燃液体储罐，其物料进出口管道靠近罐体处应设置紧急切断阀。		
27	<p>储存、输送等操作单元的自动化控制应符合 135 号文附件 2《山东省化工过程操作单元机械化、自动化设计指导方案（试行）》的要求。</p> <p>（1）固体、气体、液体的储存、输送等过程应实现机械化、自动化。</p> <p>（2）储存、输送等操作单元应实现集中控制。</p>		
<b>七、公辅工程</b>			
28	冷冻盐水、循环水等冷却系统应设置温度、压力异常报警措施，冷却系统循环泵应设置备用泵。		
29	导热油炉应设置出口温度、压力、流量异常等报警和控制措施。导热油管道进入氟化车间（装置）处应设置紧急切断阀。		
30	蒸汽系统应设置温度、压力异常报警和控制措施。热水罐应设置温度异常报警措施。		
31	仪表气供气系统应设置压力异常报警措施。仪表气应设置储气罐作为稳压、缓冲设备，仪表气源应满足断电或供气源故障等异常后不低于		

	15 分钟并应满足应急处理的供气要求。		
32	涉及氟化工艺的公辅工程应根据工艺安全需要，设置自动启停、联锁切断等自动化控制措施。		

## 氟化工艺装置全流程自动化改造验收检查表（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	<p>人员签名：</p> <p style="text-align: right; margin-top: 100px;">年    月    日</p>

## 附件 4

# 山东省化工企业重氮化工艺全流程自动化改造验收指南

(试行)

## 1 适用范围

适用于全省现有涉及重氮化工艺的化工、医药企业（以下简称重氮化企业）开展重氮化工艺装置全流程自动化改造的验收工作。全流程自动化是指从原料投入生产开始、到最终产品产出为止的全过程均实现自动化控制，通常包括重氮化工艺装置及与其存在上下游关系的原料预处理、分步化学反应、产品后处理及储存、包装等工序的自动化控制。

新建、扩建、改建重氮化工艺装置的全流程自动化也应符合本指南的有关要求。

## 2 总则

2.1 自动化控制应满足《重点监管危险化工工艺目录（2013年完整版）》（安监总管三〔2013〕3号）和《关于加强化工安全仪表系统管理的指导意见》（安监总管三〔2014〕116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）报告和安全完整性等级（SIL）定级报告对自动化控制提出的对策措施。

2.2 重氮化企业应参照《精细化工反应安全风险评估规范》

(GB/T 42300) 要求, 完成全流程(不含公用工程)反应安全风险评估, 对原料、中间产物、产品及副产物等进行热稳定性测试, 对蒸(精)馏、干燥、储存等单元操作进行安全风险评估。根据安全风险评估结果与建议, 设置相应的自动化措施。

2.3 重氮化企业应按照《全省危险化学品安全生产“机械化换人、自动化减人”工作方案》(鲁应急字〔2021〕135号, 以下简称135号文)的要求实施“机械化换人、自动化减人”, 实现全流程自动化控制。

2.4 重氮化企业全流程自动化改造工作应委托具有工程设计综合甲级资质或化工石化医药行业(专业)工程设计甲级资质的设计单位进行设计。

### 3 自动化控制要点

#### 3.1 通用规定

3.1.1 基本过程控制系统显示的带控制点的工艺流程图(如DCS流程界面)应符合工艺管道和仪表流程图(P&ID图), 并和现场一致; 基本过程控制系统、安全仪表系统工艺参数设置、联锁逻辑应与工程设计文件和操作规程一致。

3.1.2 基本过程控制系统、安全仪表系统应设置管理权限, 对工艺参数、报警阈值、联锁阈值修改和联锁投切、复位等权限进行分级管理, 禁止随意修改。

3.1.3 基本过程控制系统应对重氮化工艺全流程的重点工艺参数进行实时监控, 并具备远程调节、信息存储、连续记录、超

限报警、联锁切断、紧急停车等功能。基本过程控制系统历史数据记录和视频监控录像的保存时间应不少于 30 天。

3.1.4 基本过程控制系统应设置不间断电源（UPS），电源持续供电时间不少于 30 分钟，并应满足应急处置要求。

3.1.5 重氮化工艺应根据反应安全风险评估和安全仪表完整性等级评估的要求，设置独立于基本过程控制系统的紧急停车功能，并具备紧急手动停车的功能。

3.1.6 重氮化企业应按照《石油化工可燃气体和有毒气体检测报警设计标准》（GB/T 50493）规定，设置可燃和有毒气体检测报警器。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，且在重氮化工艺装置停车或控制系统失效后，仍能有效进行检测报警。

3.1.7 重氮化车间(装置)设置有安全泄放与事故减缓措施的，在基本过程控制系统中应设置触发条件和报警。安全泄放与事故减缓措施应实现远程控制（安全阀等泄压泄爆设施除外）。

3.1.8 重氮化工艺涉及冷、热媒切换操作的，应实现自动切换。

## **3.2 原料预处理**

3.2.1 涉及可燃、有毒等原料相变（如熔融、气化、升华等）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。

3.2.2 涉及固体加料工艺操作的，原则上应设置密闭、自动加料装置，其中在反应期间连续或分批加入反应釜的，应设置自动

加料装置，并具备故障联锁停机功能。在惰性气体保护条件下仍具有爆炸危险性的物料，不应使用气力输送系统。

3.2.3 有超温、超压风险的储存设施应设置温度、压力、搅拌电流（功率、转速）等工艺参数的监测、远传、报警，温度、压力应与冷（热）媒、泄放系统等联锁。

3.2.4 重氮化车间（装置）内的计量槽或高位槽应设置高/低液位报警、高高液位联锁或设溢流管道。

### **3.3 反应工序**

3.3.1 重氮化企业应优先开展工艺优化，降低工艺危险度等级。鼓励采用微通道反应器、管式反应器等先进技术装备，实现全流程自动化、连续化生产。

3.3.2 重氮化反应釜应设置温度、液位、压力、pH 值（仅 a 类需要监控，见表后注释）、反应釜内搅拌速率、重氮化剂流量（或重氮组分加入量）、反应物质的配料比等工艺参数的监测、远传；有关工艺参数应与反应物料进料、重氮化剂进料、冷（热）媒和泄放系统联锁。

3.3.3 重氮化反应器的搅拌（含循环泵）应设置后备电源供电。工艺危险度等级 3 级及以上的，后备电源应采用 EPS 应急电源供电。

3.3.4 重氮化反应釜紧急冷却系统与反应温度进行联锁，并能自动启动。

3.3.5 重氮化反应涉及甲、乙类有机溶剂的应设置惰性气体保

护的联锁装置。重氮化反应冷媒压力、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。

3.3.6 符合135号文附件1.9《重氮化工艺安全控制设计指导方案（试行）》的其他要求。

### 3.4 产品后处理

3.4.1 涉及重氮盐稀释、蒸（精）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。

3.4.2 涉及重氮盐的蒸（精）馏、浓缩单元的温度、压力、液位等工艺参数应实现监测、远传，并与冷（热）媒等联锁。根据蒸（精）馏过程风险评估结果，如果热媒温度超过 $T_{D24}$ ，涉及重氮盐的蒸（精）馏釜、蒸（精）馏塔的再沸器等应配备紧急冷却系统。

3.4.3 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。

3.4.4 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、加水量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。

3.4.5 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。

3.4.6 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，电流过高或过低均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。

3.4.7 蒸（精）馏温度、压力、液位等参数进行监控和自动调节，冷媒的温度、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热媒。

（2）当液位过低时，应有防止过蒸、干蒸的防护措施。

（3）对冷凝器冷媒温度、流量进行监控，当冷媒流量低或冷凝器出料温度高时联锁关闭热媒阀门。

3.4.8 蒸馏蒸发、吸收吸附、结晶、萃取、非均相分离、干燥、粉碎筛分等操作单元的自动化控制应符合 135 号文附件 2《山东省化工过程操作单元机械化、自动化设计指导方案（试行）》的要求。

### 3.5 产品包装

3.5.1 重氮化车间（装置）内的包装作业应采用自动化包装。

3.5.2 重氮化车间（装置）外涉及具有爆炸、甲乙类火灾、中毒窒息等危险性的重氮化物包装作业也应采用自动化包装，确因技术装备问题无法实现固态产品自动化包装的，企业应组织开展安全可靠性论证，尽可能采取安全风险削减措施，形成论证评估报告，报市级应急管理部门。

## 3.6 危险化学品储运

3.6.1 储存的重氮化物物料和废弃物宜测试自加速分解温度 SADT（指物质装在所用的容器内可能发生自加速分解的最低环境温度），并采取防止超温的管控措施。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。

3.6.2 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。

3.6.3 构成重大危险源的危险化学品储罐区，应按照《危险化学品重大危险源监督管理暂行规定》（原国家安全监管总局令第40号）要求，设置自动化控制系统。其他危险化学品储罐应设置液位高、低超限报警和联锁控制措施。

3.6.4 公称直径大于或等于 30m 或公称容积大于或等于 10000m<sup>3</sup> 的储罐、储存 I 级和 II 级毒性液体的储罐、容量大于或等于 1000 m<sup>3</sup> 的甲 B 和乙 A 类可燃液体的储罐、容量大于或等于 3000 m<sup>3</sup> 的其他可燃液体储罐，其物料进出口管道靠近罐体处应设置紧急切断阀。

3.6.5 储存、输送等操作单元的自动化控制应符合 135 号文附件 2《山东省化工过程操作单元机械化、自动化设计指导方案（试行）》的要求。

## 3.7 公辅工程

3.7.1 冷冻盐水、循环水等冷却系统应设置温度、压力异常报

警措施，冷却系统循环泵应设置备用泵。

3.7.2 导热油炉应设置出口温度、压力、流量异常等报警和控制措施。导热油管道进入重氮化车间（装置）处应设置紧急切断阀。

3.7.3 蒸汽系统应设置温度、压力异常报警和控制措施。热水罐应设置温度异常报警措施。

3.7.4 仪表气供气系统应设置压力异常报警措施。仪表气应设置储气罐作为稳压、缓冲设备，仪表气源应满足断电或供气源故障等异常后不低于 15 分钟并应满足应急处理的供气要求。

3.7.5 涉及重氮化工艺的公辅工程应根据工艺安全需要，设置自动启停、联锁切断等自动化控制措施。

#### 4 仪表系统选用原则

仪表系统选用应符合 135 号文附件 1.9《重氮化工艺安全控制设计指导方案（试行）》4.4 仪表系统选用原则的要求。

#### 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，对相关人员全面开展有针对性的培训，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。

## 重氮化工艺全流程自动化改造验收检查表（一）

序号	内容	检查情况	备注
<b>一、通用规定</b>			
1	基本过程控制系统显示的带控制点的工艺流程图（如 DCS 流程界面）应符合工艺管道和仪表流程图（P&ID 图），并和现场一致；基本过程控制系统、安全仪表系统工艺参数设置、联锁逻辑应与工程设计文件和操作规程一致。		
2	基本过程控制系统、安全仪表系统应设置管理权限，对工艺参数、报警阈值、联锁阈值修改和联锁投切、复位等权限进行分级管理，禁止随意修改。		
3	基本过程控制系统应对重氮化工艺全流程的重点工艺参数进行实时监控，并具备远程调节、信息存储、连续记录、超限报警、联锁切断、紧急停车等功能。基本过程控制系统历史数据记录和视频监控录像的保存时间应不少于 30 天。		
4	基本过程控制系统应设置不间断电源（UPS），电源持续供电时间不少于 30 分钟，并应满足应急处置要求。		

5	重氮化工艺应根据反应安全风险评估和安全仪表完整性等级评估的要求，设置独立于基本过程控制系统的紧急停车功能，并具备紧急手动停车的功能。		
6	重氮化企业应按照《石油化工可燃气体和有毒气体检测报警设计标准》（GB/T 50493）规定，设置可燃和有毒气体检测报警器。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，且在重氮化工艺装置停车或控制系统失效后，仍能有效进行检测报警。		
7	重氮化车间（装置）设置有安全泄放与事故减缓措施的，在基本过程控制系统中应设置触发条件和报警。安全泄放与事故减缓措施应实现远程控制（安全阀等泄压泄爆设施除外）。		
8	重氮化工艺涉及冷、热媒切换操作的，应实现自动切换。		
<b>二、原料预处理</b>			
9	涉及可燃、有毒等原料相变（如熔融、气化、升华等）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。		
10	涉及固体加料工艺操作的，原则上应设置密闭、		

	自动加料装置,其中在反应期间连续或分批加入反应釜的,应设置自动加料装置,并具备故障联锁停机功能。在惰性气体保护条件下仍具有爆炸危险性的物料,不应使用气力输送系统。		
11	有超温、超压风险的储存设施应设置温度、压力、搅拌电流(功率、转速)等工艺参数的监测、远传、报警,温度、压力应与冷(热)媒、泄放系统等联锁。		
12	重氮化车间(装置)内的计量槽或高位槽应设置高/低液位报警、高高液位联锁或设溢流管道。		
<b>三、反应工序</b>			
13	重氮化企业应优先开展工艺优化,降低工艺危险等级。鼓励采用微通道反应器、管式反应器等先进技术装备,实现全流程自动化、连续化生产。		
14	重氮化反应釜应设置温度、液位、压力、pH值(仅a类需要监控,见表后注释)、反应釜内搅拌速率、重氮化剂流量(或重氮组分加入量)、反应物质的配料比等工艺参数的监测、远传;有关工艺参数应与反应物料进料、重氮化剂进料、冷(热)媒和泄放系统联锁。		
15	重氮化反应器的搅拌(含循环泵)应设置后备电源供电。工艺危险度等级3级及以上的,后备电		

	源应采用 EPS 应急电源供电。		
16	重氮化反应釜紧急冷却系统与反应温度进行联锁，并能自动启动。		
17	重氮化反应涉及甲、乙类有机溶剂的应设置惰性气体保护的联锁装置。重氮化反应冷媒压力、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。		
18	符合 135 号文附件 1.9《重氮化工艺安全控制设计指导方案（试行）》的其他要求。		
<b>四、产品后处理</b>			
19	涉及重氮盐稀释、蒸（精）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。		
20	涉及重氮盐的蒸（精）馏、浓缩单元的温度、压力、液位等工艺参数应实现监测、远传，并与冷（热）媒等联锁。根据蒸（精）馏过程风险评估结果，如果热媒温度超过 $T_{D24}$ ，涉及重氮盐的蒸（精）馏釜、蒸（精）馏塔的再沸器等应配备紧急冷却系统。		

21	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。		
22	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、加水量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。		
23	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。		
24	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,电流过高或过低均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。		
25	蒸(精)馏温度、压力、液位等参数进行监控和自动调节,冷媒的温度、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热媒。 (2)当液位过低时,应有防止过蒸、干蒸的防护措施。		

	(3) 对冷凝器冷媒温度、流量进行监控, 当冷媒流量低或冷凝器出料温度高时联锁关闭热媒阀门。		
26	蒸馏蒸发、吸收吸附、结晶、萃取、非均相分离、干燥、粉碎筛分等操作单元的自动化控制应符合 135 号文附件 2《山东省化工过程操作单元机械化、自动化设计指导方案(试行)》的要求: (1) 进料、出料、操作过程应实现机械化、自动化。 (2) 操作单元应实现集中控制。		
<b>五、产品包装</b>			
27	重氮化车间(装置)内的包装作业应采用自动化包装。		
28	重氮化车间(装置)外涉及具有爆炸、甲乙类火灾、中毒窒息等危险性的重氮化物包装作业也应采用自动化包装, 确因技术装备问题无法实现固态产品自动化包装的, 企业应组织开展安全可靠性论证, 尽可能采取安全风险削减措施, 形成论证评估报告, 报市级应急管理部门。		
<b>六、危险化学品储运</b>			
29	储存的重氮化物料和废弃物宜测试自加速分解温度 SADT(指物质装在所用的容器内可能发生		

	自加速分解的最低环境温度)，并采取防止超温的管控措施。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。		
30	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。		
31	构成重大危险源的危险化学品储罐区，应按照《危险化学品重大危险源监督管理暂行规定》（原国家安全监管总局令第40号）要求，设置自动化控制系统。其他危险化学品储罐应设置液位高、低超限报警和联锁控制措施。		
32	公称直径大于或等于30m或公称容积大于或等于10000m <sup>3</sup> 的储罐、储存I级和II级毒性液体的储罐、容量大于或等于1000m <sup>3</sup> 的甲B和乙A类可燃液体的储罐、容量大于或等于3000m <sup>3</sup> 的其他可燃液体储罐，其物料进出口管道靠近罐体处应设置紧急切断阀。		
33	储存、输送等操作单元的自动化控制应符合135号文附件2《山东省化工过程操作单元机械化、自动化设计指导方案（试行）》的要求。 (1) 固体、气体、液体的储存、输送等过程应		

	实现机械化、自动化。 (2) 储存、输送等操作单元应实现集中控制。		
<b>七、公辅工程</b>			
34	冷冻盐水、循环水等冷却系统应设置温度、压力异常报警措施，冷却系统循环泵应设置备用泵。		
35	导热油炉应设置出口温度、压力、流量异常等报警和控制措施。导热油管道进入重氮化车间（装置）处应设置紧急切断阀。		
36	蒸汽系统应设置温度、压力异常报警和控制措施。热水罐应设置温度异常报警措施。		
37	仪表气供气系统应设置压力异常报警措施。仪表气应设置储气罐作为稳压、缓冲设备，仪表气源应满足断电或供气源故障等异常后不低于15分钟并应满足应急处理的供气要求。		
38	涉及重氮化工艺的公辅工程应根据工艺安全需要，设置自动启停、联锁切断等自动化控制措施。		

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。

## 重氮化工艺装置全流程自动化改造验收检查表（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

## 附件 5

# 山东省化工企业过氧化工艺全流程自动化改造验收指南

(试行)

## 1 适用范围

适用于全省现有涉及过氧化工艺的化工、医药企业（以下简称过氧化企业）开展过氧化工艺装置全流程自动化改造的验收工作。全流程自动化是指从原料投入生产开始、到最终产品产出为止的全过程均实现自动化控制，通常包括过氧化工艺装置及与其存在上下游关系的原料预处理、分步化学反应、产品后处理及储存、包装等工序的自动化控制。

新建、扩建、改建过氧化工艺装置的全流程自动化也应符合本指南的有关要求。

## 2 总则

2.1 自动化控制应满足《重点监管危险化工工艺目录（2013年完整版）》（安监总管三〔2013〕3号）和《关于加强化工安全仪表系统管理的指导意见》（安监总管三〔2014〕116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）报告和安全完整性等级（SIL）定级报告对自动化控制提出的对策措施。

2.2 过氧化企业应参照《精细化工反应安全风险评估规范》

(GB/T 42300) 要求, 对原料、中间产物、产品及副产物进行热稳定性测试, 对蒸(精)馏、干燥、储存等单元操作进行安全风险评估。根据安全风险评估结果与建议, 设置相应的自动化措施。

2.3 过氧化企业应按照《全省危险化学品安全生产“机械化换人、自动化减人”工作方案》(鲁应急字〔2021〕135号, 以下简称135号文)的要求实施“机械化换人、自动化减人”, 实现全流程自动化控制。

2.4 过氧化企业全流程自动化改造工作应委托具有工程设计综合甲级资质或化工石化医药行业(专业)工程设计甲级资质的设计单位进行设计。

### 3 自动化控制要点

#### 3.1 通用规定

3.1.1 基本过程控制系统显示的带控制点的工艺流程图(如DCS流程界面)应符合工艺管道和仪表流程图(P&ID图), 并和现场一致; 基本过程控制系统、安全仪表系统工艺参数设置、联锁逻辑应与工程设计文件和操作规程一致。

3.1.2 基本过程控制系统、安全仪表系统应设置管理权限, 对工艺参数、报警阈值、联锁阈值修改和联锁投切、复位等权限进行分级管理, 禁止随意修改。

3.1.3 基本过程控制系统应对过氧化工艺全流程的重点工艺参数进行实时监控, 并具备远程调节、信息存储、连续记录、超限报警、联锁切断、紧急停车等功能。基本过程控制系统历史数

据记录和视频监控录像的保存时间应不少于 30 天。

3.1.4 基本过程控制系统应设置不间断电源（UPS），电源持续供电时间不少于 30 分钟，并应满足应急处置要求。

3.1.5 过氧化工艺应根据反应安全风险评估和安全仪表完整性等级评估的要求，设置独立于基本过程控制系统的紧急停车功能，并具备紧急手动停车的功能。

3.1.6 过氧化企业应按照《石油化工可燃气体和有毒气体检测报警设计标准》（GB/T 50493）规定，设置可燃和有毒气体检测报警器。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，且在过氧化工艺装置停车或控制系统失效后，仍能有效进行检测报警。

3.1.7 过氧化车间(装置)设置有安全泄放与事故减缓措施的，在基本过程控制系统中应设置触发条件和报警。安全泄放与事故减缓措施应实现远程控制（安全阀等泄压泄爆设施除外）。

3.1.8 过氧化工艺涉及冷、热媒切换的，应实现自动切换。

## **3.2 原料预处理**

3.2.1 涉及可燃、有毒等原料相变（如熔融、气化、升华等）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。

3.2.2 涉及固体加料工艺操作的，原则上应设置密闭、自动加料装置。其中在反应期间连续或分批加入反应釜的，应设置自动加料装置，并具备故障连锁停机功能。在惰性气体保护条件下仍

具有爆炸危险性的物料，不应使用气力输送系统。

3.2.3 有超温、超压风险的储存设施应设置温度、压力、搅拌电流（功率、转速）等工艺参数的监测、远传、报警，温度、压力应与冷（热）媒、泄放系统等联锁。

3.2.4 过氧化车间（装置）内计量槽或高位槽应设置高/低液位报警、高高液位联锁或设溢流管道。

### 3.3 反应工序

3.3.1 过氧化企业应优先开展工艺优化，降低工艺危险度等级。鼓励采用微通道反应器、管式反应器等先进技术装备，实现全流程自动化、连续化生产。

3.3.2 过氧化反应釜应设置温度、压力、液位（称重）、pH值、搅拌（循环泵）电流（功率、转速）、（过）氧化剂流量、参加反应物质的配料比、气相氧含量、冷（热）媒压力（流量）等工艺参数的监测、远传；有关工艺参数应与反应物料进料、（过）氧化剂进料、冷（热）媒和泄放系统联锁。

3.3.3 过氧化反应釜紧急冷却系统与反应温度进行联锁，并能自动启动。

3.3.4 采用氧气作为氧化剂的过氧化工艺，应设置紧急情况下送入惰性气体的系统，反应釜（反应器）温度高高报警并连锁送入惰性气体。

3.3.5 过氧化反应釜物料进料顺序需明确，杜绝在反应釜中先投加过氧化物、再滴加参加反应物料，并针对进料泵及进料切断

阀设置安全联锁。

3.3.6 符合 135 号文附件 1.11《过氧化工艺安全控制设计指导方案（试行）》的其他要求。

### **3.4 产品后处理**

3.4.1 涉及过氧化物的萃取、中和、分层、干燥等单元的温度应实现监测、远传、自动调节和报警，并与冷（热）媒等联锁。

3.4.2 涉及过氧化物的蒸（精）馏、浓缩单元的温度、压力、液位等工艺参数应实现监测、远传，并与冷（热）媒等联锁。根据蒸（精）馏过程风险评估结果，如果热媒温度超过  $T_{D24}$ ，涉及过氧化物的蒸（精）馏釜、蒸（精）馏塔的再沸器等应配备紧急冷却系统。

3.4.3 蒸馏蒸发、吸收吸附、结晶、萃取、非均相分离、干燥、粉碎筛分等操作单元的自动化控制应符合 135 号文附件 2《山东省化工过程操作单元机械化、自动化设计指导方案（试行）》的要求。

### **3.5 产品包装**

3.5.1 过氧化车间（装置）内的包装作业应采用自动化包装。

3.5.2 过氧化车间（装置）外涉及具有爆炸、甲乙类火灾、中毒窒息等危险性的过氧化物包装作业也应采用自动化包装，确因技术装备问题无法实现固态产品自动化包装的，企业应组织开展安全可靠性论证，尽可能采取安全风险削减措施，形成论证评估报告，报市级应急管理部门。

## 3.6 危险化学品储运

3.6.1 储存过氧化物（包括含过氧化物的物料）的储罐（槽），应设置温度、液位等工艺参数的监测、远传、报警和超限控制措施。

3.6.2 构成重大危险源的危险化学品储罐区，应按照《危险化学品重大危险源监督管理暂行规定》（原国家安全监管总局令第40号）要求，设置自动化控制系统。其他危险化学品储罐应设置液位高、低超限报警和联锁控制措施。

3.6.3 公称直径大于或等于 30m 或公称容积大于或等于 10000m<sup>3</sup> 的储罐、储存 I 级和 II 级毒性液体的储罐、容量大于或等于 1000 m<sup>3</sup> 的甲 B 和乙 A 类可燃液体的储罐、容量大于或等于 3000 m<sup>3</sup> 的其他可燃液体储罐，其物料进出口管道靠近罐体处应设置紧急切断阀。

3.6.4 储存、输送等操作单元的自动化控制应符合 135 号文附件 2《山东省化工过程操作单元机械化、自动化设计指导方案（试行）》的要求。

## 3.7 公辅工程

3.7.1 冷冻盐水、循环水等冷却系统应设置温度、压力异常报警措施，冷却系统循环泵应设置备用泵。

3.7.2 导热油炉应设置出口温度、压力、流量异常等报警和联锁控制措施。导热油管道进入过氧化车间（装置）处应设置紧急切断阀。

3.7.3 蒸汽系统应设置温度、压力异常报警和控制措施。热水罐应设置温度异常报警措施。

3.7.4 仪表气供气系统应设置压力异常报警措施。仪表气应设置储气罐作为稳压、缓冲设备，仪表气源应满足断电或供气源故障等异常后不低于 15 分钟并应满足应急处理的供气要求。

3.7.5 涉及过氧化工艺的公辅工程应根据工艺安全需要，设置自动启停、联锁切断等自动化控制措施。

#### 4 仪表系统选用原则

仪表系统选用应符合 135 号文附件 1.11 《过氧化工艺安全控制设计指导方案（试行）》4.4 仪表系统选用原则的要求。

#### 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。

## 过氧化工艺全流程自动化改造验收检查表（一）

序号	内容	检查情况	备注
<b>一、通用规定</b>			
1	基本过程控制系统显示的带控制点的工艺流程图（如 DCS 流程界面）应符合工艺管道和仪表流程图（P&ID 图），并和现场一致；基本过程控制系统、安全仪表系统工艺参数设置、联锁逻辑应与工程设计文件和操作规程一致。		
2	基本过程控制系统、安全仪表系统应设置管理权限，对工艺参数、报警阈值、联锁阈值修改和联锁投切、复位等权限进行分级管理，禁止随意修改。		
3	基本过程控制系统应对过氧化工艺全流程的重点工艺参数进行实时监控，并具备远程调节、信息存储、连续记录、超限报警、联锁切断、紧急停车等功能。基本过程控制系统历史数据记录和视频监控录像的保存时间应不少于 30 天。		
4	基本过程控制系统应设置不间断电源（UPS），电源持续供电时间不少于 30 分		

	钟，并应满足应急处置要求。		
5	过氧化工艺应根据反应安全风险评估和安全仪表完整性等级评估的要求，设置独立于基本过程控制系统的紧急停车功能，并具备紧急手动停车的功能。		
6	过氧化企业应按照《石油化工可燃气体和有毒气体检测报警设计标准》（GB/T 50493）规定，设置可燃和有毒气体检测报警器。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，且在过氧化工艺装置停车或控制系统失效后，仍能有效进行检测报警。		
7	过氧化车间（装置）设置有安全泄放与事故减缓措施的，在基本过程控制系统中应设置触发条件和报警。安全泄放与事故减缓措施应实现远程控制（安全阀等泄压泄爆设施除外）。		
8	过氧化工艺涉及冷、热媒切换的，应实现自动切换。		
<b>二、原料预处理</b>			
9	涉及可燃、有毒等原料相变（如熔融、气化、升华等）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。		
10	涉及固体加料工艺操作的，原则上应设置密闭、自动加料装置。其中在反应期间连续或分批加入反应釜的，应设置自动加料装置，并具备故障联锁停机功能。在惰性气体保护条件下仍具有爆炸危险性的物料，不应使用气力输送系统。		
11	有超温、超压风险的储存设施应设置温度、压力、搅拌电流（功率、转速）等工艺参数的监测、远传、报警，温度、压力应与冷（热）媒、泄放系统等联锁。		
12	过氧化车间（装置）内计量槽或高位槽应设置高/低液位报警、高高液位联锁或设溢流管道。		
<b>三、反应工序</b>			
13	过氧化企业应优先开展工艺优化，降低工艺危险度等级。鼓励采用微通道反应器、管式反应器等先进技术装备，实现全流程自动化、连续化生产。		

14	过氧化反应釜应设置温度、压力、液位（称重）、pH 值、搅拌（循环泵）电流（功率、转速）、（过）氧化剂流量、参加反应物质的配料比、气相氧含量、冷（热）媒压力（流量）等工艺参数的监测、远传；有关工艺参数应与反应物料进料、（过）氧化剂进料、冷（热）媒和泄放系统联锁。		
15	过氧化反应釜紧急冷却系统与反应温度进行联锁，并能自动启动。		
16	采用氧气作为氧化剂的过氧化工艺，应设置紧急情况下送入惰性气体的系统，反应釜（反应器）温度高高报警并连锁送入惰性气体。		
17	过氧化反应釜物料进料顺序需明确，杜绝在反应釜中先投加过氧化物、再滴加参加反应物料，并针对进料泵及进料切断阀设置安全联锁。		
18	符合 135 号文附件 1.11 《过氧化工艺安全控制设计指导方案（试行）》的其他要求。		
<b>四、产品后处理</b>			
19	涉及过氧化物的萃取、中和、分层、干燥等单元的温度应实现监测、远传、自动调		

	节和报警，并与冷（热）媒等联锁。		
20	涉及过氧化物的蒸（精）馏、浓缩单元的温度、压力、液位等工艺参数应实现监测、远传，并与冷（热）媒等联锁。根据蒸（精）馏过程风险评估结果，如果热媒温度超过 $T_{D24}$ ，涉及过氧化物的蒸（精）馏釜、蒸（精）馏塔的再沸器等应配备紧急冷却系统。		
21	蒸馏蒸发、吸收吸附、结晶、萃取、非均相分离、干燥、粉碎筛分等操作单元的自动化控制应符合 135 号文附件 2 《山东省化工过程操作单元机械化、自动化设计指导方案（试行）》的要求： （1）进料、出料、操作过程应实现机械化、自动化。 （2）操作单元应实现集中控制。		
<b>五、产品包装</b>			
22	过氧化车间（装置）内的包装作业应采用自动化包装。		
23	过氧化车间（装置）外涉及具有爆炸、甲乙类火灾、中毒窒息等危险性的过氧化物包装作业也应采用自动化包装，确因技术装备问题无法实现固态产品自动化包装		

	的，企业应组织开展安全可靠性论证，尽可能采取安全风险削减措施，形成论证评估报告，报市级应急管理部门。		
<b>六、危险化学品储运</b>			
24	储存过氧化物（包括含过氧化物的物料）的储罐（槽），应设置温度、液位等工艺参数的监测、远传、报警和超限控制措施。		
25	构成重大危险源的危险化学品储罐区，应按照《危险化学品重大危险源监督管理暂行规定》（原国家安全监管总局令第40号）要求，设置自动化控制系统。其他危险化学品储罐应设置液位高、低超限报警和连锁控制措施。		
26	公称直径大于或等于30m或公称容积大于或等于10000m <sup>3</sup> 的储罐、储存Ⅰ级和Ⅱ级毒性液体的储罐、容量大于或等于1000 m <sup>3</sup> 的甲B和乙A类可燃液体的储罐、容量大于或等于3000 m <sup>3</sup> 的其他可燃液体储罐，其物料进出口管道靠近罐体处应设置紧急切断阀。		
27	储存、输送等操作单元的自动化控制应符合135号文附件2《山东省化工过程操作		

	<p>单元机械化、自动化设计指导方案(试行)》的要求。</p> <p>(1) 固体、气体、液体的储存、输送等过程应实现机械化、自动化。</p> <p>(2) 储存、输送等操作单元应实现集中控制。</p>		
<b>七、公辅工程</b>			
28	<p>冷冻盐水、循环水等冷却系统应设置温度、压力异常报警措施，冷却系统循环泵应设置备用泵。</p>		
29	<p>导热油炉应设置出口温度、压力、流量异常等报警和联锁控制措施。导热油管道进入过氧化车间(装置)处应设置紧急切断阀。</p>		
30	<p>蒸汽系统应设置温度、压力异常报警和控制措施。热水罐应设置温度异常报警措施。</p>		
31	<p>仪表气供气系统应设置压力异常报警措施。仪表气应设置储气罐作为稳压、缓冲设备，仪表气源应满足断电或供气源故障等异常后不低于 15 分钟并应满足应急处理的供气要求。</p>		
32	<p>涉及过氧化工艺的公辅工程应根据工艺安</p>		

	全需要，设置自动启停、联锁切断等自动化控制措施。		
--	--------------------------	--	--

## 过氧化工艺装置全流程自动化改造验收检查表（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