

序号	原辅材料名称	环评设计年耗量 (t/a)	环评设计单耗 (kg/t)	贮存方式	实际单耗 (kg/t)
7	白炭黑	5	10	袋装	10
8	卡松	0.5	1	桶装	1
9	消泡剂	1	2	袋装	2
30%吡唑醚菌酯悬浮剂生产线					
1	97%吡唑醚菌酯原药	155	310	桶装	306
2	乳化剂 CY-305	15	30	桶装	30
3	乳化剂 SC-B2	30	60	桶装	60
4	乙二醇	15	30	桶装	30
5	黄原胶	1	2	桶装	2
6	硅酸镁铝	2.5	5	袋装	5
7	白炭黑	5	10	袋装	10
8	卡松	1	2	桶装	2
9	消泡剂	2	4	袋装	4
30%肟菌酯戊唑醇悬浮剂生产线					
1	97%肟菌酯原药	52	104	桶装	104
2	96%戊唑醇原药	103	206	桶装	206
3	乳化剂 2501	27.5	55	桶装	55
4	乙二醇	20	40	桶装	40
5	黄原胶	1.25	2.5	桶装	2.5
6	硅酸镁铝	2.5	5	袋装	5
7	卡松	1.5	3	桶装	3
8	消泡剂	2	4	袋装	4
30%己唑醇悬浮剂生产线					
1	95%己唑醇原药	63.2	316	桶装	316
2	乳化剂 SC-130	10	50	桶装	50
3	黄原胶	0.52	2.6	桶装	2.6
4	硅酸镁铝	1.2	6	袋装	6
5	卡松	0.4	2	桶装	2

序号	原辅材料名称	环评设计年耗量 (t/a)	环评设计单耗 (kg/t)	贮存方式	实际单耗 (kg/t)
6	尿素	8	40	袋装	40
7	消泡剂	0.8	4	袋装	4

535 克/升肟菌酯环丙唑醇悬浮剂生产线

1	97%肟菌酯原药	175.25	350.5	桶装	350.5
2	96%环丙唑醇原药	75.5	151	桶装	151
3	乳化剂 SC-001	10	20	桶装	20
4	乳化剂 2122	20	40	桶装	40
5	乳化剂 500#	5	10	桶装	10
6	尿素	20	40	袋装	40
7	黄原胶	0.9	1.8	桶装	1.8
8	乙二醇	20	40	桶装	40
9	卡松	1.5	3	桶装	3
10	消泡剂	2	4	袋装	4

325 克/升丙硫菌唑肟菌酯悬浮剂生产线

1	97%丙硫菌唑原药	84.3	168.6	桶装	168.6
2	97%肟菌酯原药	72.2	144.4	桶装	144.4
3	乳化剂 SC-001	10	20	桶装	20
4	乳化剂 2122	15	30	桶装	30
5	乳化剂 500#	5	10	桶装	10
6	硅酸镁铝	2.5	5	袋装	5
7	黄原胶	1.25	2.5	桶装	2.5
8	乙二醇	20	40	桶装	40
9	卡松	1.5	3	桶装	3
10	消泡剂	2	4	袋装	4

30%茚虫威悬浮剂生产线

1	95%茚虫威原药	158	316	桶装	316
2	乳化剂-6022	25	50	桶装	50
3	硅酸镁铝	4	8	袋装	8

序号	原辅材料名称	环评设计年耗量 (t/a)	环评设计单耗 (kg/t)	贮存方式	实际单耗 (kg/t)
4	黄原胶	1	2	桶装	2
5	白炭黑	2.5	5	袋装	5
6	乙二醇	20	40	桶装	40
7	卡松	1.5	3	桶装	3
8	消泡剂	2	4	袋装	4

50 克/升虱螨脲乳油生产线

1	97%虱螨脲原药	28	56	桶装	56
2	乳化剂 3215	75	150	桶装	150
3	环己酮	50	100	桶装	100
4	二甲基乙酰胺	50	100	桶装	100
5	150#溶剂油	297	594	桶装	594

25%吡蚜嗪酮可湿性粉剂生产线

1	97%吡蚜酮原药	10.3	103	桶装	103
2	97%噻嗪酮原药	15.5	155	桶装	155
3	助剂 BS-1	8	80	桶装	80
4	白炭黑	3	30	袋装	30
5	轻钙	63.2	632	桶装	632

75%肟菌酯戊唑醇水分散粒剂生产线

1	98%肟菌酯原药	255	510	桶装	510
2	98%戊唑醇原药	128	256	桶装	256
3	分散剂 DWF	77	154	袋装	154
4	分散剂 D909S	25	50	袋装	50
5	消泡剂	15	30	桶装	30

3.4 水源及水平衡

本次验收项目用水主要包括工艺废水、反应釜清洗废水、化验室废水、罐区喷淋废水、地面冲洗废水、真空泵废水、循环冷却系统排水、废气处理废水、生活污水和初期雨水、纯水制备浓水等。建设项目排放的废水主要包括工艺废水、反应釜清洗废水、化验室废水、罐区喷淋废水、地面冲洗废水、真空泵废水、循

环冷却系统排水、废气处理废水、生活污水和初期雨水等，纯水制备浓水用于水膜除尘的补充用水。废水经预处理达标后排入园区污水处理厂集中处理，经污水处理厂处理达标后排放。

本项目排水实行清污分流、雨污分流，厂区共设置 1 个污水排放口、1 个雨水排放口。项目实际运行的水量平衡见图 3.4。

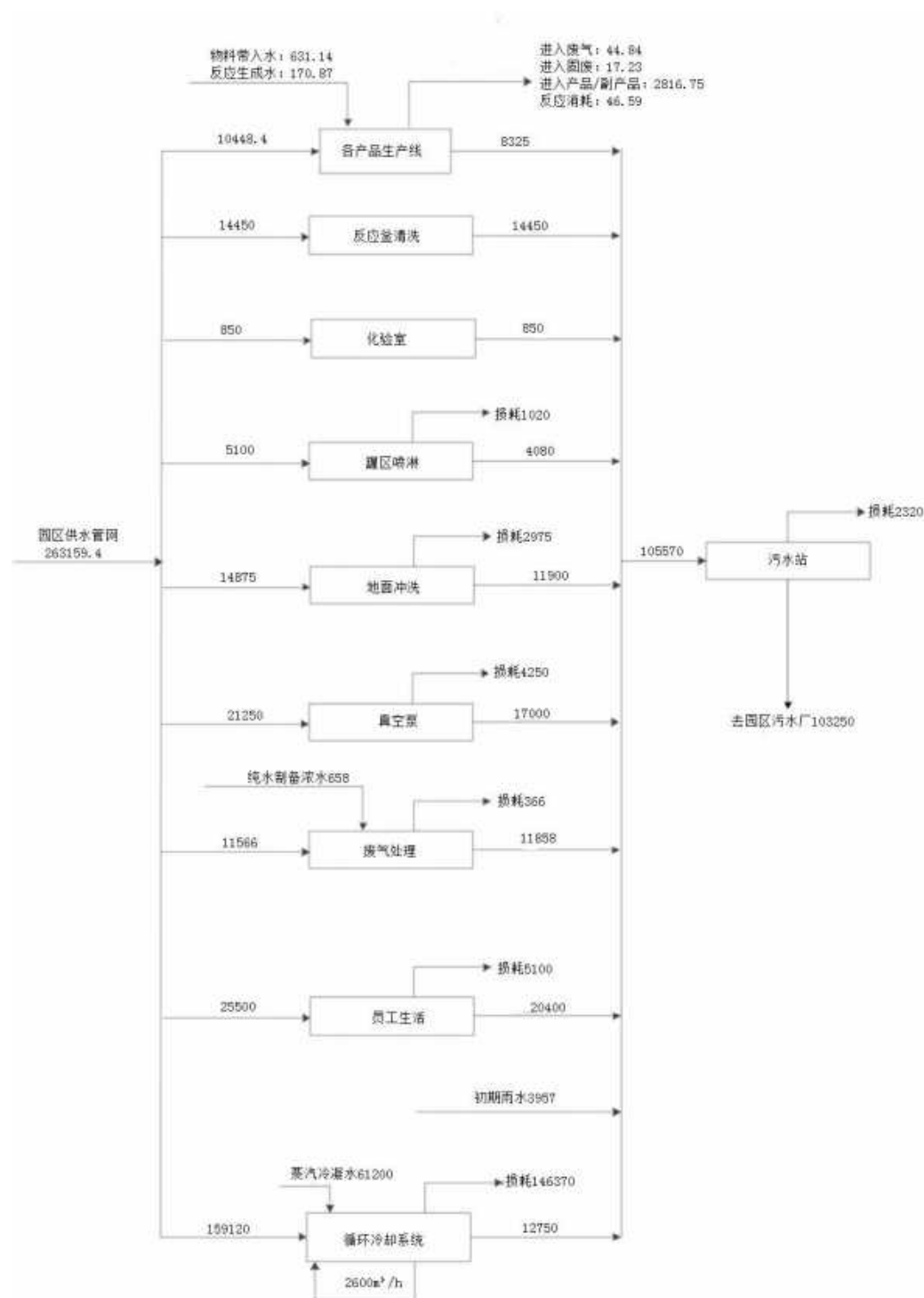


图 3.4 本次验收项目水量平衡图 (单位: m^3/a)

3.5.1 一氯频呐酮项目

99% 甲醇

97% 4-氯酚

计量槽

计量槽

G1-2: 甲醇

G1-1: 4-氯酚

99% 氯气

氯化

氯化尾气

降膜吸收

水

G1-3: HCl, 4-氯酚, 甲醇, 氯气, 水

F1-1 30% 盐酸

中馏分套用

精馏

接收槽

接收槽

G1-5: 甲醇

G1-6: 4-氯酚

93% 4-氯酚

水

G1-4: HCl, 甲醇, 氯气, 4-氯酚, 二氯苯酚, 水

F1-2 30% 盐酸

S1-1 精馏残液

图 3.5 一氯频呐酮项目工艺流程及产污环节图

生产工艺流程及产污环节简述:

(1) 氯化工序

来自钢瓶的液氯先进入液氯气化器(E-2101)(汽化池(V-2101)水温 75~85℃)汽化后,再进入氯气缓冲罐(V-2102)(正常生产时压力控制在 0.01~0.3MPa),通过流量计调节一定的流量,送至氯化反应器(R-2101A-C/ R-2102A-C)。

甲醇(来自罐区,加入计量槽(V-2103))、频哪酮(来自罐区,加入计量槽(V-2103))经计量槽(V-2103)计量后转入接收槽(V-2104),经泵(P-2101)循环混匀后送入高位槽(V-2105);高位槽(V-2105)中混合液经石墨冷凝器(E-2102A-C/E-2103A-C)降温至-5~20℃后从氯化反应器(R-2101A-C/R-2102A-C)(氯化反应器为管式反应器,三级串联)下部进入与底部通入的氯气反应,反应温度控制在 0~30℃(常压);从第三反应器下部出来的反应液入接收罐(V-2104),再送入高位槽(V-2105)进氯化反应器(R-2101A-C/R-2102A-C),循环反应约 20~26 次;反应结束,氯化反应液入接收槽(V-2104)(去精馏)。

氯化反应过程中产生的氯化氢气体(含氯气)经氯化尾气缓冲罐(V-2106)后进后三级降膜水吸收系统吸收得盐酸(副产)。

(2) 精馏工序

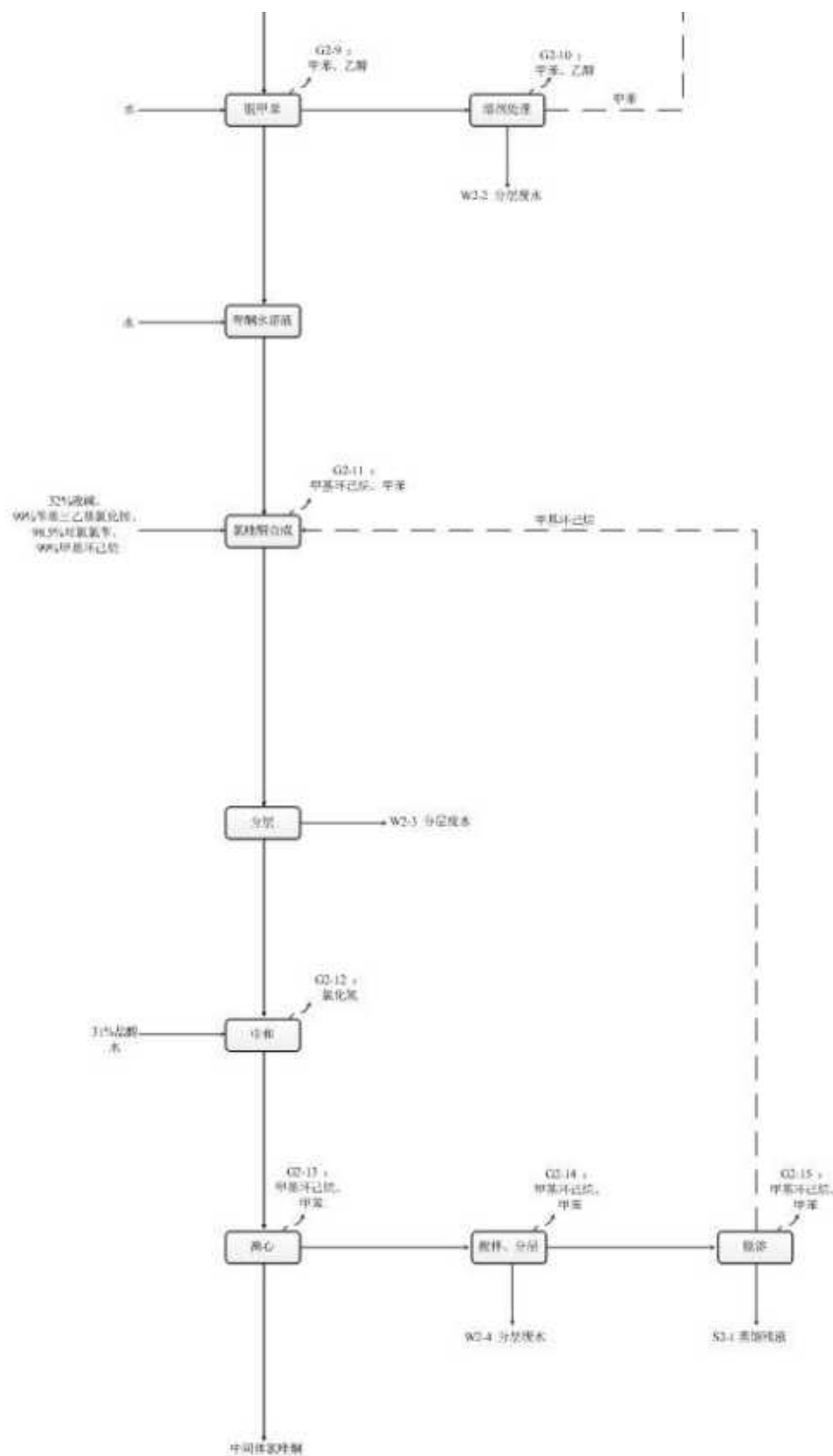
将接收槽(V-2104)中料液送至精馏釜(R-2103/R-2104)中,在-0.06~-0.095MPa、正常釜温控制在 50~150℃条件下升温精馏,在塔顶 55~80℃收集的前馏份去前馏份接收罐(主要为甲醇,回计量槽(V-2103)回套用),在塔顶 80~130℃收集的中馏份去中馏份接收罐回下批次精馏,在塔(T-2101/T-2102)塔顶 130~150℃收集的后馏份为一氯频哪酮去一氯频哪酮接收罐(V-2108)。精馏残液作为固废外送处理。

精馏尾气(溶于氯化反应液中氯化氢在精馏过程中释放出来)经精馏尾气缓冲罐去尾气吸收系统吸收(三级降膜)得副产盐酸。

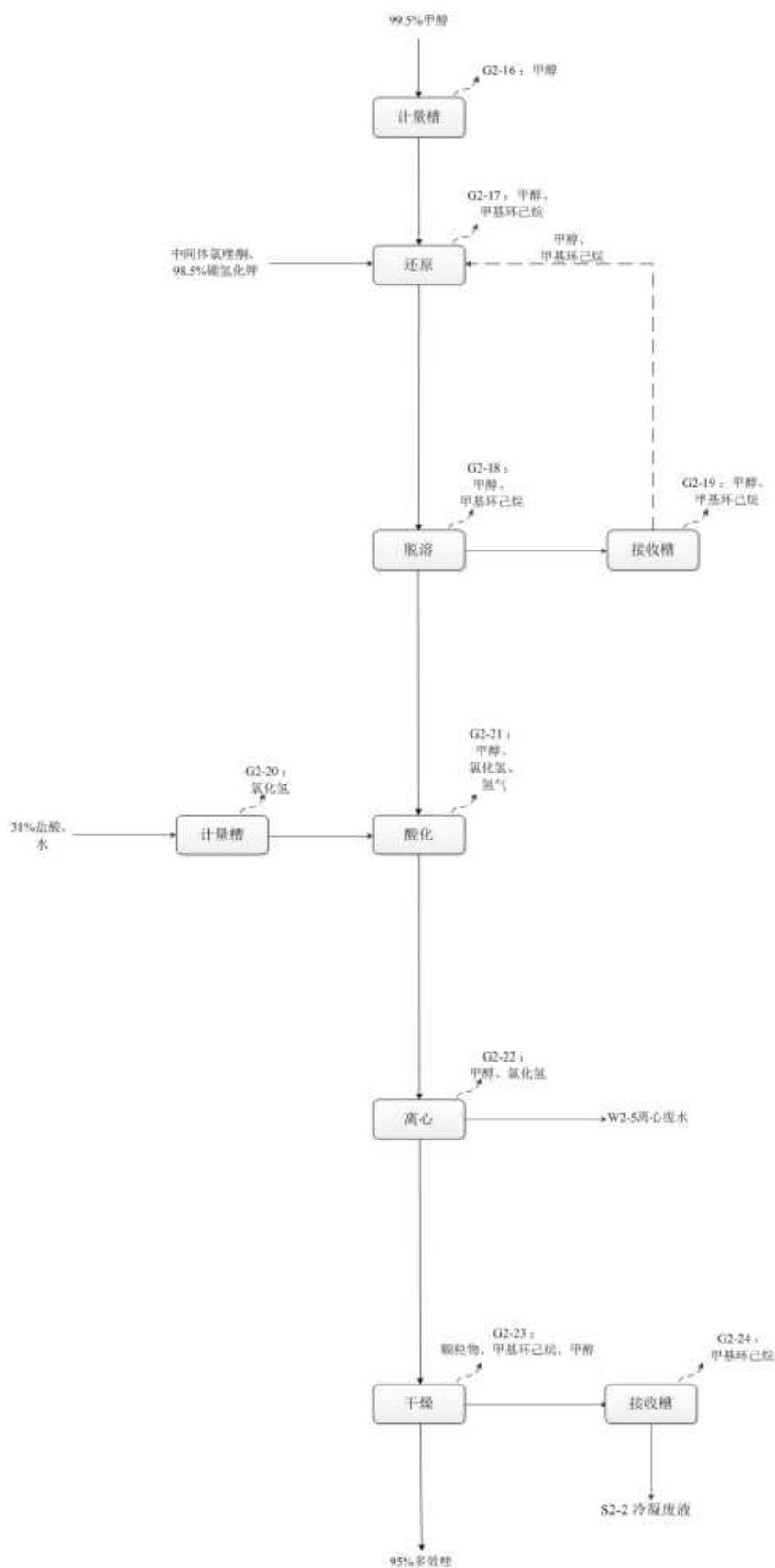
3.5.2 多效唑项目

多效唑项目工艺流程及产污环节见图3.6。





多效唑合成 (1)



多效唑合成（2）

图3.6 多效唑项目工艺流程及产污环节图

生产工艺流程及产污环节简述:

(1) 三唑钠合成(成盐)

向缩合釜(R-1201/ R-1202/ R-1203)中依次加入定量甲苯(自甲苯计量槽(V-1202、V-1207)加入)、片碱、三氮唑,常压下,升温至釜温正常控制在80~115℃回流20h脱水(入废水接收槽V-1206去废水处理);脱水结束,常压下、升温至正常温度控制在80~130℃条件下,蒸出甲苯至接收罐(V-1207)。

(2) 唑酮合成、离心工序

缩合釜物料降温至室温,加入定量乙醇(来自罐区,经乙醇计量槽(V-1203)加入)和甲苯(来自V-1204),开始自一氯频哪酮计量槽滴加一氯频哪酮;滴加过程中控制温度在71±2℃,滴加结束,在80±5℃保温6小时;取样定性一氯频哪酮≤1%合格后保温结束,冷却至室温,转料至离心机离心,母液转料至唑酮甲苯液槽,后转去脱溶釜(R-1204/R-1205);离心固体去精制得副产氯化钠。

(3) 脱溶工序

脱溶釜用蒸汽升温负压(-0.06~-0.095)蒸馏,蒸馏温度80~106℃,脱去部分甲苯、乙醇混合液去唑酮合成套用。脱毕,关闭蒸汽阀门,打开循环冷却水水冷却至95±3℃,从水表中加入水,负压(-0.06~-0.095)蒸汽升温蒸馏,蒸馏温度80~106℃,蒸出残留的溶剂甲苯经甲苯接收槽后转入溶剂处理釜(溶剂处理:分层,分层废水去废水处理,甲苯套用去三唑钠合成)。

自水计量槽(V-1212)向脱溶釜加入适量水,转料至下步缩合釜(R-1207/R-1208)。

(4) 氯唑酮合成

向缩合釜(R-1207/R-1208)中用真空抽入定量液碱(来自罐区,经液碱计量槽(V-1221)加入)、甲基环己烷(V-1223)及适量的催化剂苄基三乙基氯化铵,升温至50-55℃,开始滴加对氯氯苄(自料桶来,经对氯氯苄滴加槽(V-1222)加入),滴加过程中控制温度在50~60℃;滴加结束,在55-60℃保温3小时,保温结束,静置分层,废水入废水槽V-1225(去废水处理),分层结束,釜内加定量水(经水计量槽V-1220加入),用盐酸(自盐酸计量槽(V-1230)加入)调PH值至7~8,釜中物料转至离心机(M-1202)离心,离心液入母液处理釜(R-1206B),离心固体为氯唑酮。

母液处理:母液处理釜(R-1206B)搅拌、用蒸汽升温至40-50℃,静置分层,下层入废水接收槽V-1226(去废水处理)。有机层转入甲基环己烷回收釜(R-1213)。甲基

环己烷回收釜(R-1213)升温脱溶，在-0.06~-0.095MPa、正常釜温控制在80~115℃条件下，蒸出甲基环己烷入接收槽（V-1208），二冷接收槽（V-1211）回生产套用，釜中蒸馏残液作为固废处置。

（5）多效唑合成工序

向还原釜（R-1209/R-1210）中加入定量氯唑酮、甲醇（来自罐区，经甲醇计量槽（V-1227）和回收套用甲醇（来自V-1232、V-1234）加入），常压下降温至5~27℃，再通过自动加料器自动加入定量硼氢化钾，加料结束，在20~30℃保温1小时，保温结束，反应液入脱溶釜（R-1211/R-1212）。

升温脱溶釜（R-1211/R-1212），在常压、正常釜温控制在60~85℃条件下脱除甲醇（入甲醇接收槽，回生产套用）；脱毕，向釜中加适量盐酸（来自罐区，经盐酸计量槽（V-1230）加入）、水（经水计量槽（V-1231）加入），在70-75℃搅拌保温1小时，然后在加入定量的水降温至30-40℃，搅拌保温30分钟，转料至离心机（M-1204），离心液入废水槽（V-1236）(去废水处理或V-1237回生产套用)，离心固体送至三车间干燥机（M-1205）干燥（在-0.06~-0.095MPa、正常干燥温度控制在60~90℃）得多效唑原药，经包装入库。

多效唑合成还原工序以氯唑酮计，反应转化率为97%酸化工序以多效唑钾盐计。

3.5.3 氯代特戊酰氯项目

氯代特戊酰氯项目工艺流程及产污环节见图3.7。

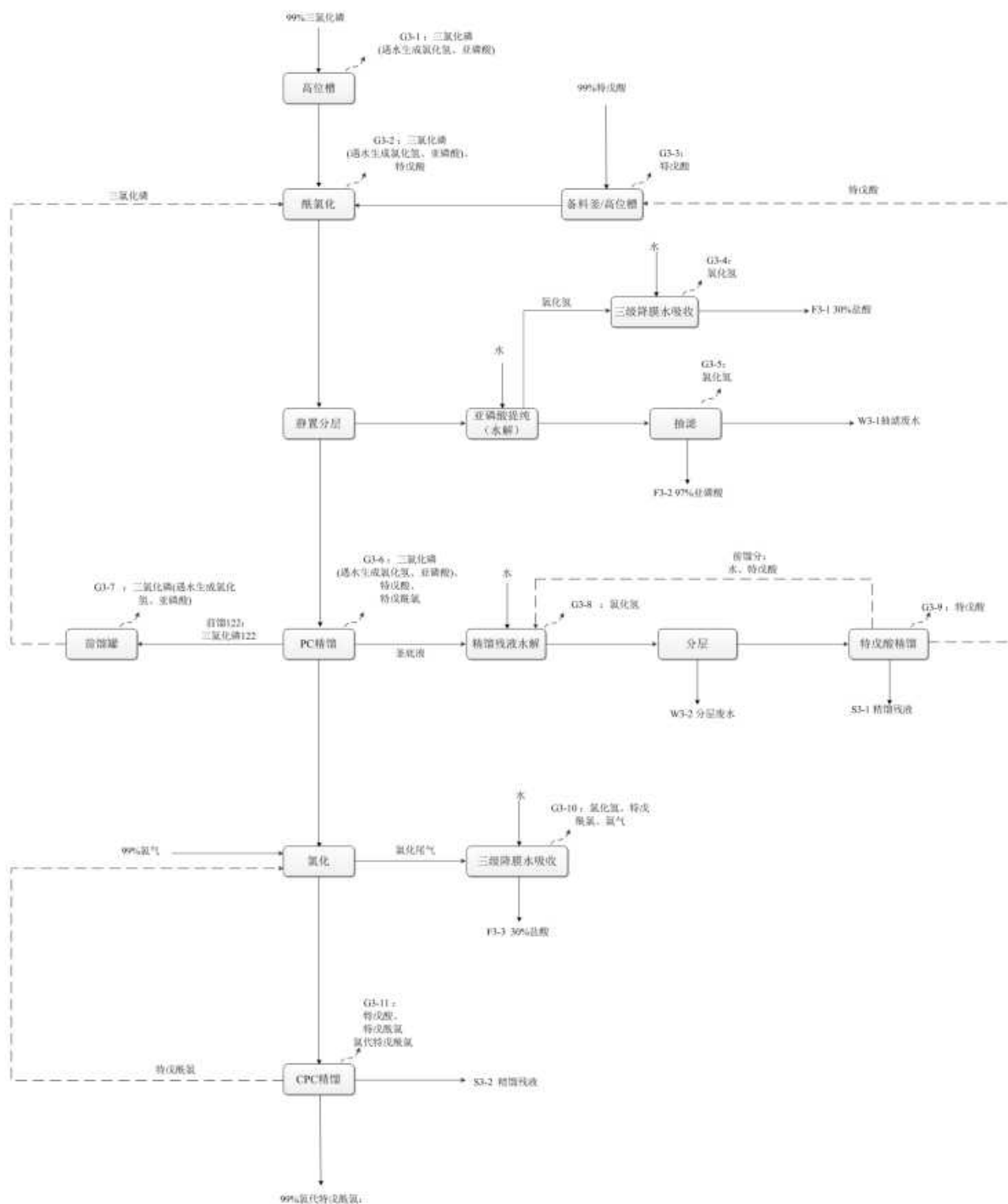


图 3.7 氯代特戊酰氯项目工艺流程及产污环节图

生产工艺流程及产污环节简述:

(1) 特戊酰氯制备

向酰氯化釜（R-2201A,B）中加定量特戊酸(经特戊酸备料釜（R-2202）加入)及后步PC精馏前馏份（前馏分高位槽（V-2203A/B）），搅拌，升温至50~60℃，开始滴加三氯化磷（来自罐区，经三氯化磷出料泵泵至三氯化磷中转槽（V-2201）后转至三氯化磷高位槽（V-2202A,B），常压下控制反应温度在50-60℃；滴加结束，在55-60℃再保温反应2小时，然后静置分层，分下层亚磷酸（提纯后作为副产物）至亚磷酸接收罐（V-2204），上层特戊酰氯粗品放至粗品罐（V-2205）。

亚磷酸提纯：将溶化好的亚磷酸粗品用真空抽入至水解釜R-2204，同时在高位槽V-2211中备入适量的水，备料结束后，开始水解釜搅拌，开启搅拌后开始缓慢滴加高位槽V-2211中水。滴加过程中温度控制在70~90℃，滴加结束，在常压下、控制温度在90~100℃，保温2小时。保温结束后继续降温至60℃以下，搅拌一小时后放料抽滤，得亚磷酸固体，母液入废水接收槽（V-2213）。

(2) 精馏、水解工序

将粗品罐（V-2205）中料液转至精馏釜（R-2203A~C）中，常压下，控制釜温在100~160℃，在精馏塔（T-2201A~C）塔顶70~102℃收集前馏分入前馏罐（V-2206A~C）（去酰氯化釜（R-2201A,B）套用投料），在塔顶102~108℃收集的馏份为特戊酰氯入精品罐（V-2207A~C）（再转入精品中转罐（V-2208））；精馏结束，釜中余料冷却至60~75℃，转至中转罐V-2212，去水解釜高位槽V-2209/V-2210（去水解釜R-2204）。

水解釜（R-2204）加入定量的水（来自高位槽V-2211），升温至70-75℃，开始滴加定量的PC精馏釜底液（来自高位槽V-2209/V-2210），滴加过程中温度控制在70~90℃，滴加结束，在常压下、控制温度在90~100℃，保温3-4小时，然后静置分层，分水层入废水接收槽（V-2213）（去废水处理），上层去精馏釜（R-2205）。

精馏釜（R-2205）在-0.08~-0.095MPa、釜温控制在80~150℃条件下升温精馏，在精馏塔（T-2202）塔顶85~110℃收集前馏分入前馏罐（V-2214）（主要是水和少量特戊酸，回水解釜（R-2204）套用），在塔顶110~150℃收集精品特戊酸入精品罐（V-2215）（回酰氯化釜（R-2201A,B）套用投料），精馏结束，釜中余料冷却至60~75℃，精馏残液作为固废外送处理。

(3) 氯代特戊酰氯制备工序

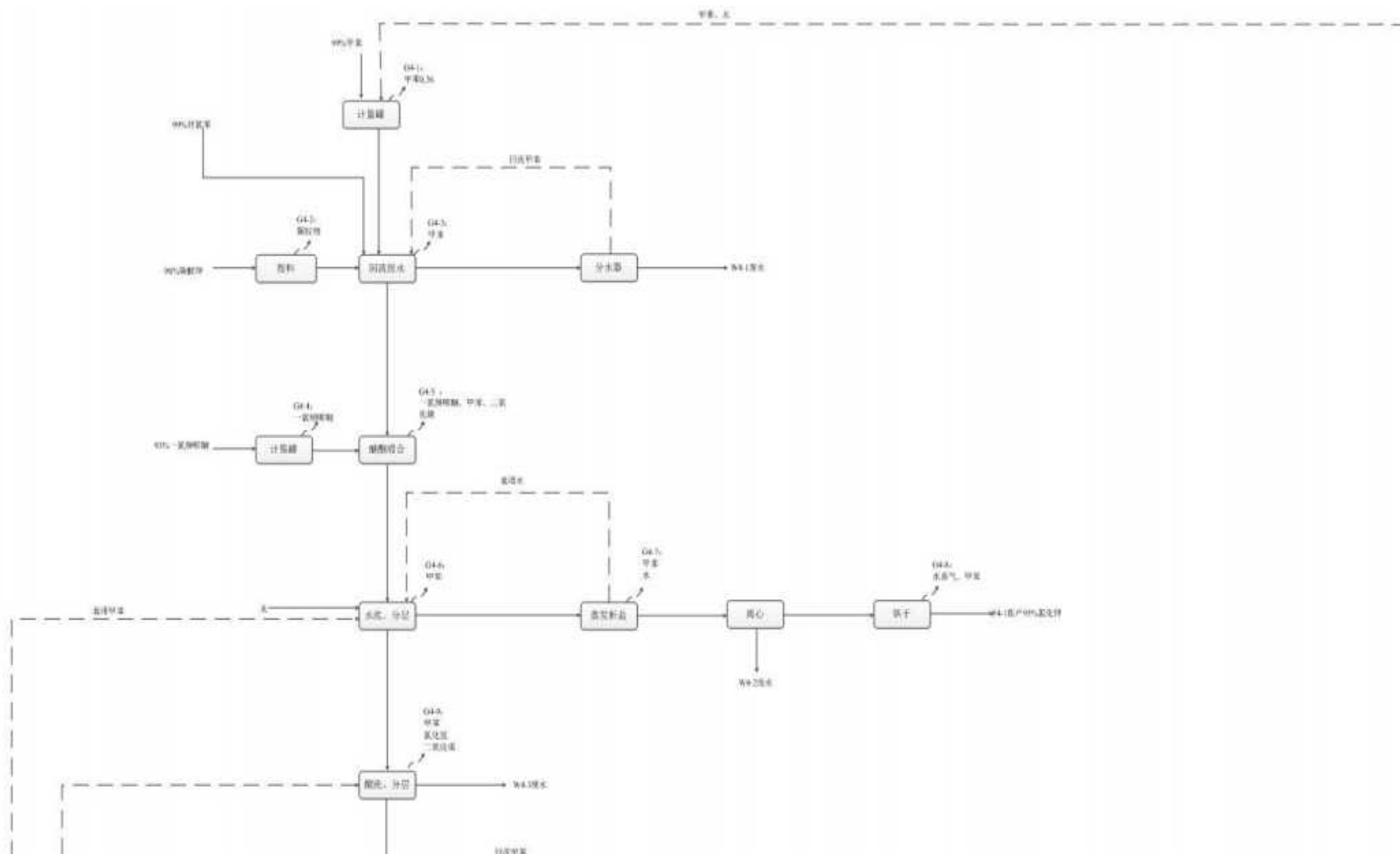
来自钢瓶的液氯先进入液氯气化器(E-2206A,B)(热水池(V-2216A~B)水温75~85℃)汽化后,再进入氯气缓冲罐(V-2217A,B)(正常生产时压力控制在0.01~0.3MPa),通过流量计调节一定的流量,送至氯化塔(T-2203A~G/T-2204A-G)中部。

向氯化反应器(R-2206A~G)中加定量特戊酰氯,搅拌,常压下升温至回流,氯气从氯化塔(T-2203A~G/T-2204A-G)中部通入,在紫外光下与气相特戊酰氯接触反应,控制塔内温度在120~165℃,当釜内温度达到130~135℃时,停止通氯,降温冷却至不超过90℃,转入氯代特戊酰氯粗品罐(V-2218A,B)(去精馏)。氯化反应过程中产生的氯化氢气体经三级水吸收副产盐酸。

精馏釜(R-2207A~D)在-0.06~-0.095MPa、釜温正常控制在100~160℃条件下升温精馏,在精馏塔(T-2205A~D)塔顶70~105℃收集前馏分入前馏罐(V-2219A~D),在转入前馏中转罐(V-2220\ V-2220B)(主要是特戊酰氯回氯化釜(R-2206A~G)套用),塔顶在116~120℃时,收集产品氯代特戊酰氯入精品罐(V-2222A~D)(去罐区成品储罐);精馏结束,残液冷却至60-75℃,转入到中转槽V-2223,多次套用后作为固废外送处理。

3.5.4 三唑酮项目

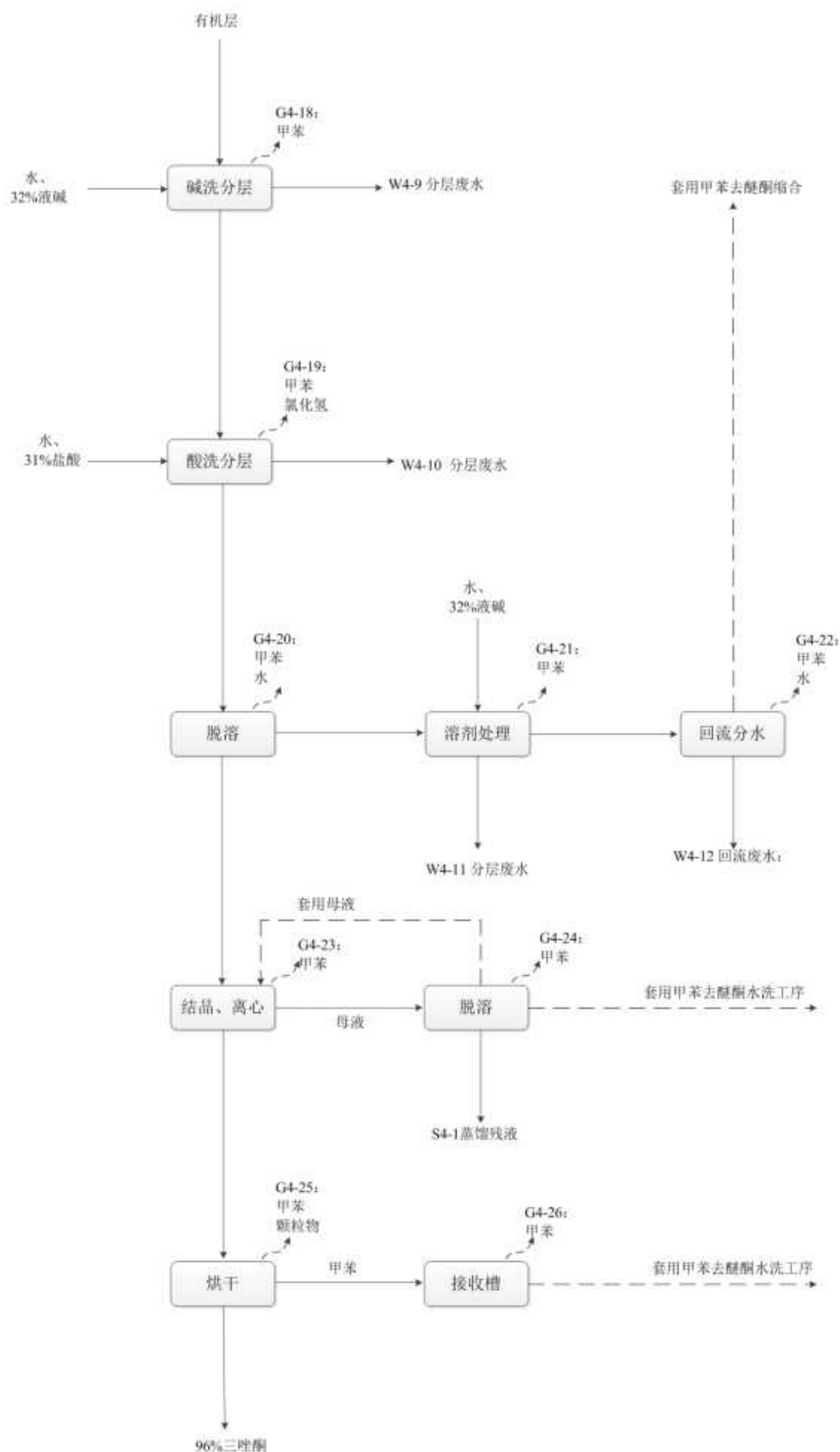
三唑酮项目工艺流程及产污环节见图3.8。



(一)







(四)

图 3.8 三唑酮项目工艺流程及产污环节图

生产工艺流程及产污环节简述:

(1) 醚酮制备 (缩合)

向缩合釜 (R-1101) 中加入定量甲苯 (经计量罐 (V-1105) 加入)、用真空抽入对氯苯酚后 (烘房加热后桶运入车间), 启动搅拌投入碳酸钾, 常压下升温至114-124℃回流1.5h脱水 (去废水处理); 脱毕, 冷却至88℃, 向釜中开始滴加一氯频哪酮 (来自一氯频哪酮接收罐, 经一氯频哪酮计量槽 (V-1101) 加入), 控制反应温度在88~117℃, 滴加约1.5h; 滴加结束, 在常压、升温至121±3℃, 保温约回流6小时, 降温至50~60℃。

缩合釜 (R-1101) 中依次加入甲苯、水, 搅拌、静置各半小时, 然后分去废水层 (入一次废水槽 (V-1104), 蒸发析盐得副产氯化钾)。一次分层结束, 加入酸水 (来自后步废水接收槽V-1109 经V-1102加入) 洗涤, 搅拌、静置各15分钟, 然后分去废水 (入二次废水槽 (V-1114), 去经泵 (P-1105) 转料去废水处理), 分层结束, 釜中料液在常压、121±3℃条件下回流脱水 (去废水处理) 后得醚酮~甲苯液。

(2) 氯代醚酮制备

来自钢瓶的液氯先进入液氯气化器 (E-1105) (热水池 (V-1107) 中加热, 水温在75-85℃) 汽化后, 再进入氯气缓冲罐 (V-1108) (正常生产时压力控制在0.01~0.3MPa), 通过氯气流量计调节一定的流量, 送至氯代釜 (R-1102)。

将上步醚酮~甲苯液转至氯化釜 (R-1102), 降温至20-30℃, 向釜中开始通入氯气, 通氯过程中控制反应温度20~40℃ (常压); 通氯结束, 向釜中加入定量的工艺水进行洗涤, 静置分层, 水层去废水接收槽V-1109 (套用于醚酮工序洗涤), 然后常压、升温至121±3℃回流脱水 (废水去V-1109), 脱水结束, 冷却至常温, 转入缩合釜R-1103。

氯化反应过程中产生的氯化氢气体 (含氯气) 先进水吸收器经水吸收 (三级) 得盐酸 (副产)。

(3) 三唑酮制备 (缩合)

向缩合釜 (R-1103) 中转入回收三氮唑水溶液, 升温至115±5℃回流脱水 (去废水处理), 脱水结束, 冷却。转入氯代醚酮料再加入三氮唑, 搅拌, 升温回流脱水 (去废水处理), 常压下控制反应温度在121±3℃; 反应结束, 在121±3℃保温3小时, 然后冷却至常温, 加适量水 (来自工艺水管网或经计量槽V-1106加入), 搅拌一段时间, 静置分层, 分水层入三唑盐酸盐废水槽 (V-1113) (后经P1103泵去后步三氮唑回收工序中和釜 (R-1107)), 有机层依次用工艺水、液碱 (来自罐区, 经液碱计量槽 (V-1110))

加入)和盐酸(来自罐区,经盐酸计量槽(V-1111)加入)洗涤,分去废水层入废水槽(V-1114)(去废水处理),有机层在-0.06~-0.095MPa、正常釜温控制在80~100℃条件下,蒸出甲苯(入缩合甲苯接收槽(V-1116),去后步溶剂处理釜(R-1106));蒸毕,降温至50~60℃,转至结晶釜(R-1104))。

结晶釜升温至55-65℃,搅拌15分钟,夹套通冷冻盐水降温至-5-15℃结晶,转料至离心机(M-1101)离心,离心液入离心液地槽(V-1118)(转母液槽(V-1119)去后步母液处理釜(R-1105), -0.06~-0.095MPa、正常釜温控制在80~126℃条件下蒸出甲苯入接收槽,蒸毕,降温至50~60℃,釜中料转至上步结晶釜,多次套用后作为固废处置),离心后固体送至耙式干燥机(M-1102)烘干(在-0.06~-0.095MPa、正常控制温度在40~55℃的条件下干燥)得三唑酮原药,经包装入库。

甲苯处理:

向溶剂处理釜(R-1106)中加32%液碱(经液碱计量槽(V-1120B)加入)和工艺水洗涤至中性,搅拌静置,分去废水层(入废水槽(V-1114),去废水处理),釜中料液在常压、110±4℃条件下回流脱水(去废水处理),后得处理甲苯入处理甲苯槽(V-1127)(回生产套用)。

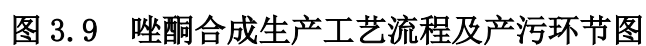
(4) 三氮唑回收

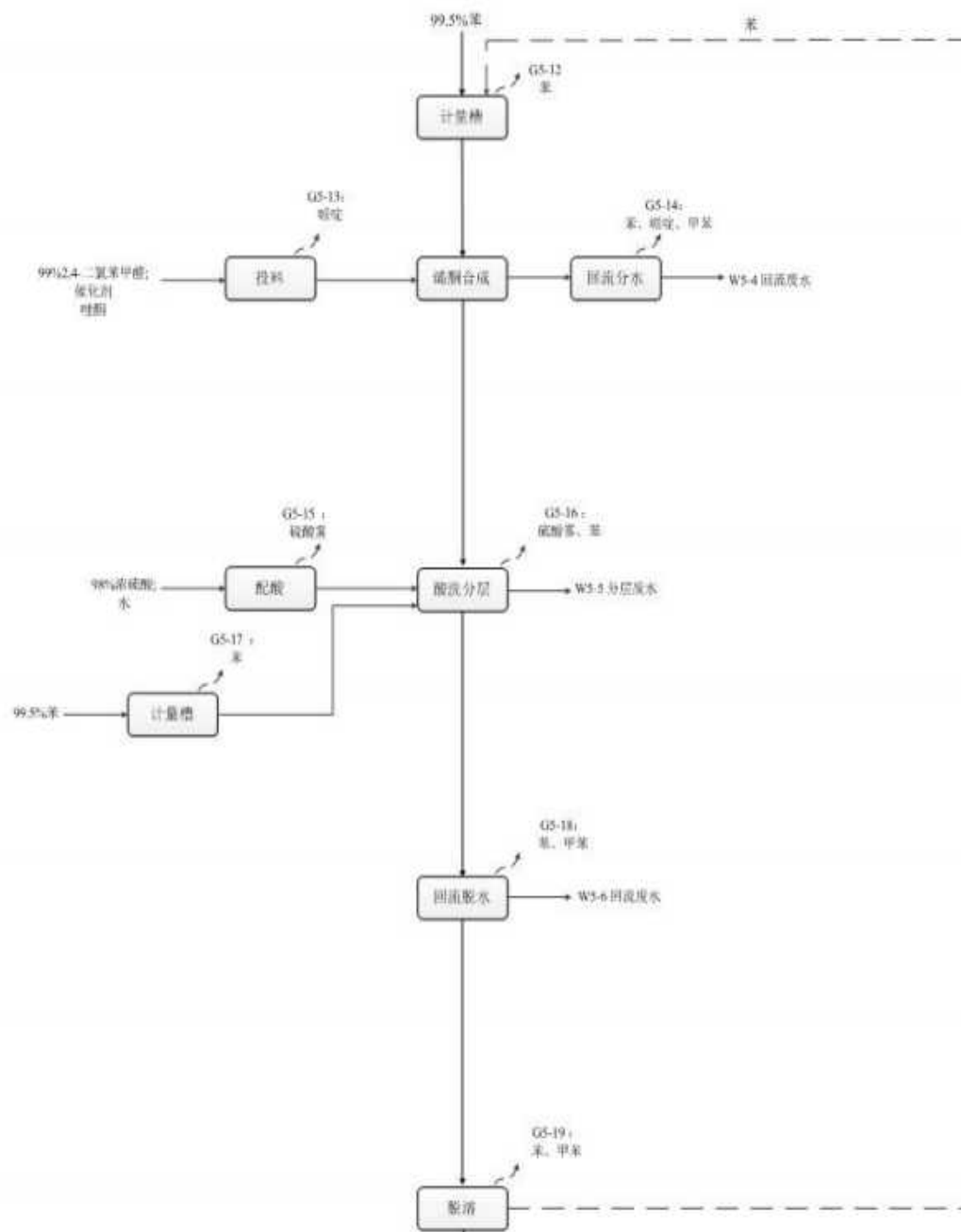
将三唑盐酸盐废水槽(V-1113)中废水转至中和釜(R-1107),开始向釜中通过液碱计量槽V-1130A,向釜中加液碱调节PH值;常压下,用蒸汽升温,正常釜温控制在50~65℃,液相PH值在7~8.5;结束转料至脱水釜(R-1108/R-1109),在-0.06~-0.095MPa、正常釜温控制在60~138℃条件下脱除水(入废水槽(V-1131/V-1132),去废水处理);脱毕,降温至83~98℃,补加适量水,转料至离心机(M-1103)离心,离心后固体为副产氯化钠,离心液去脱溶釜(R-1110)。

升温脱溶釜(R-1110),在-0.06~-0.095MPa、正常釜温控制在80~138℃条件下脱清水入接收槽V-1132/V-1136(去废水处理),转料至三唑酮制备工序缩合釜(R-1103)。

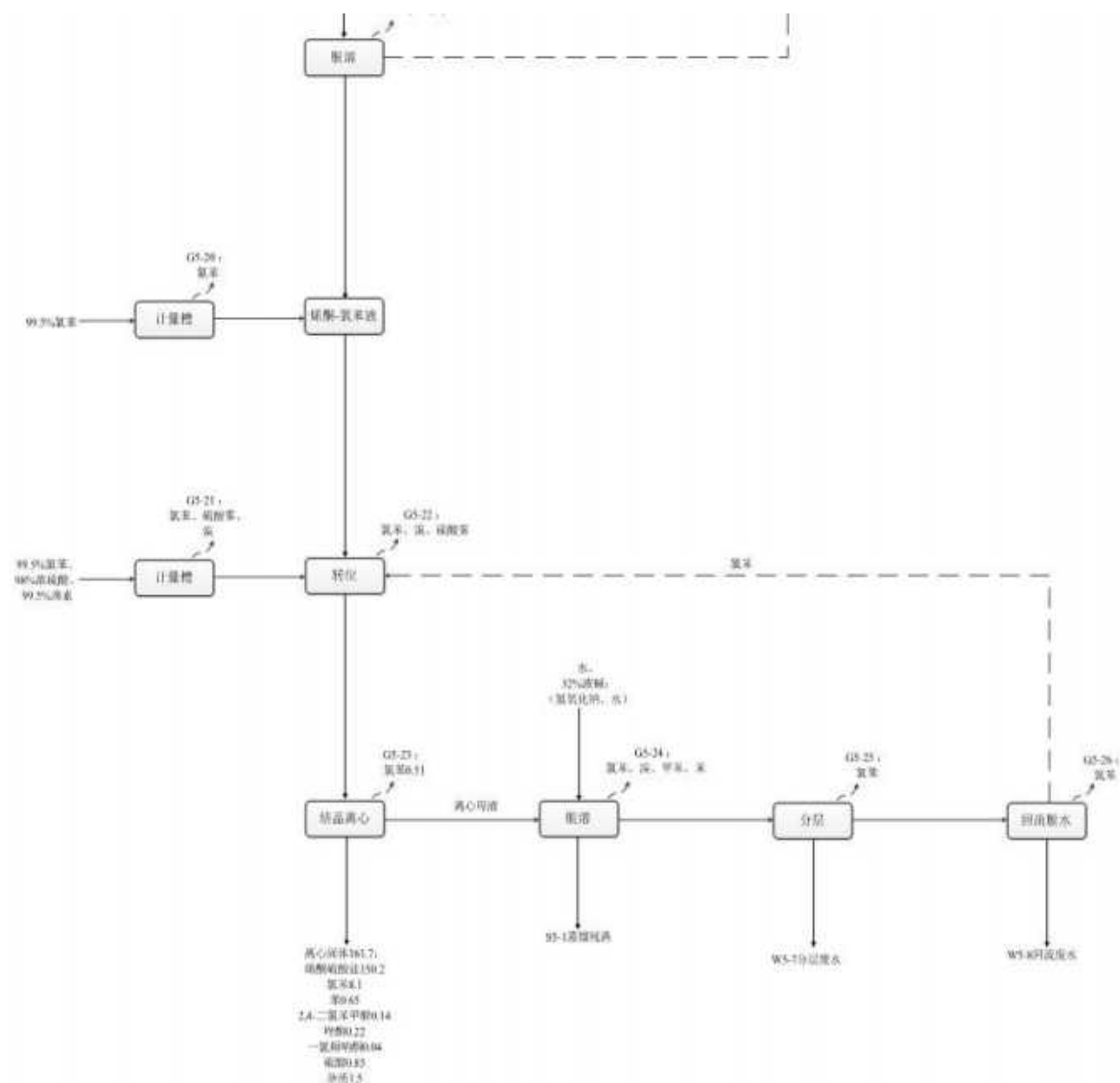
3.5.5 烯唑醇项目

烯唑醇工序唑酮合成生产工艺流程及产污环节见图3.9,烯唑醇合成生产工艺流程及产污环节见图3.10。

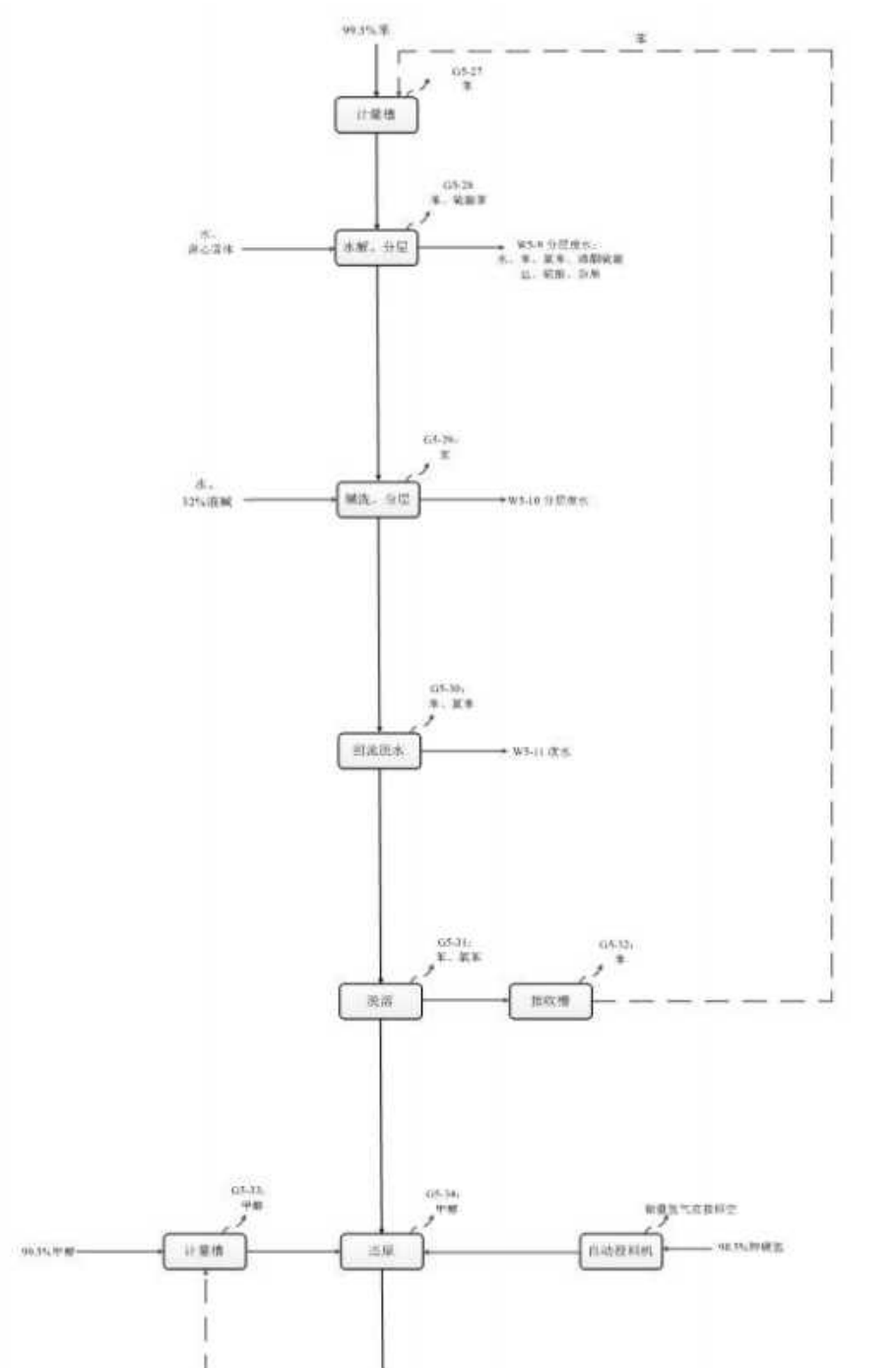




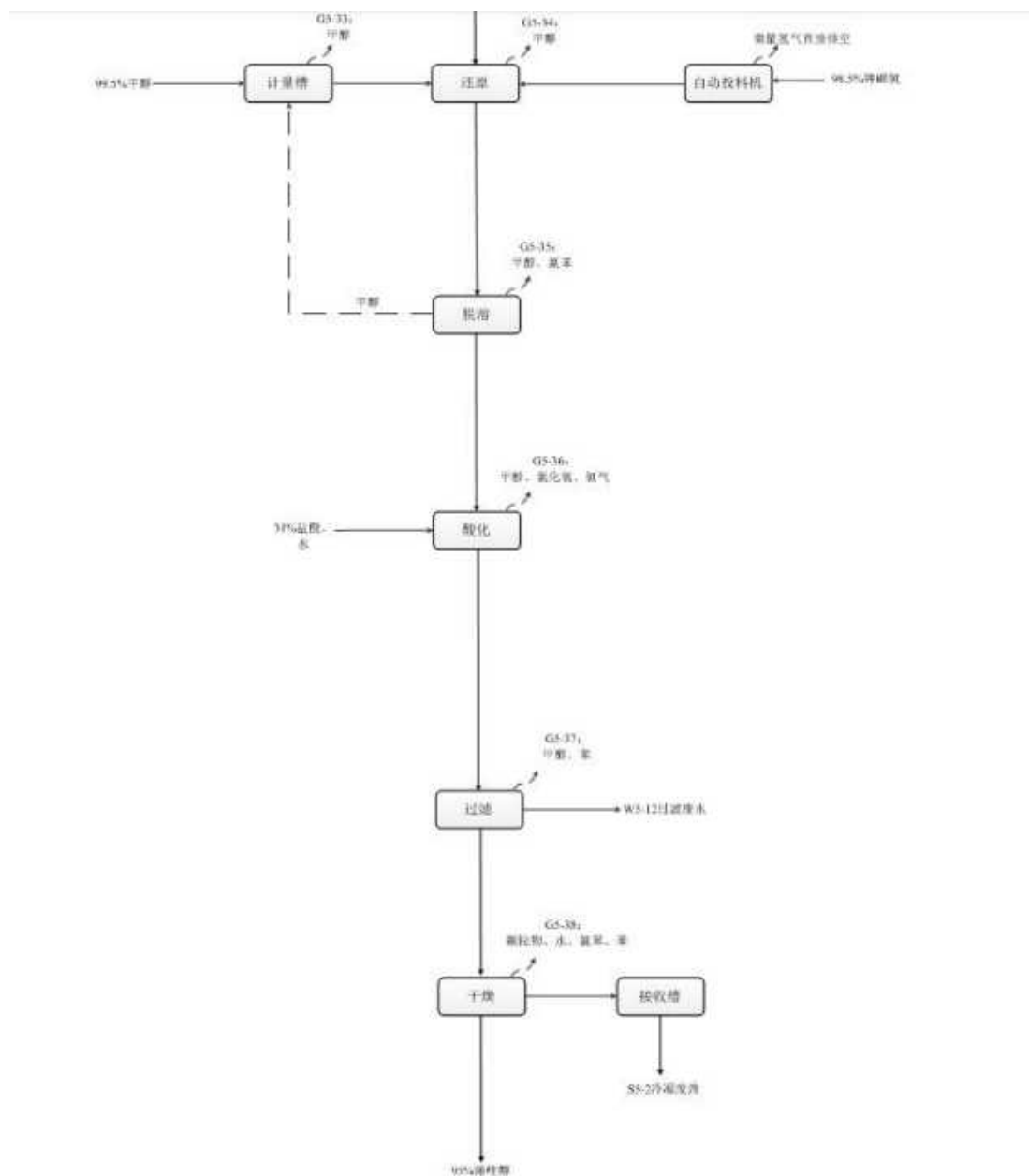
(一)



(二)



(三)



(四)

图3.10 烯唑醇合成生产工艺流程及产污环节图

生产工艺流程及产污环节简述:

(1) 唑酮制备 (成盐、缩合)

向缩合釜 (R-1301/R-1302) 中依次加入定量甲苯 (自接收槽 (V-1305) 来, 或来自罐区经计量槽 (V-1303) 加入)、三氮唑、片碱, 常压下、升温至正常釜温控制在80~115℃回流脱水入接收罐V-1338 (去废水处理); 脱水结束, 常压下、升温至正常釜温控制在80~130℃蒸出甲苯入甲苯接收槽V-1305 (回生产套用), 降温至室温, 加入定量乙醇 (来自罐区, 经乙醇计量槽加入), 开始滴加一氯频哪酮 (经一氯频哪酮计量槽加入); 滴加过程中控制温度在 $71 \pm 2^\circ\text{C}$, 滴加结束, 在 $80 \pm 5^\circ\text{C}$ 保温6小时; 保温结束, 冷却至室温, 转料至离心机 (M-1301) 离心, 离心后固体 (氯化钠) 经精制后作为副产, 离心液入唑酮甲苯液槽 (V-1309) (去脱溶釜 (R-1303))。

升温脱溶釜 (R-1303), 在常压、正常釜温控制在60~106℃条件下, 收集前馏份、中馏份 (前馏接收槽 (V-1311)、中馏接收槽 (V-1312), 主要是乙醇、甲苯, 套用于唑酮制备) 结束后冷却 $95 \pm 3^\circ\text{C}$, 加定量水 (V-1310加入); 在-0.06~0.095MPa、正常釜温控制在80~110℃条件下, 收集后馏份 (后馏接收槽 (V-1313), 主要是甲苯、水。水和甲苯经分层后回生产套用); 脱毕, 冷却降温至50~60℃, 加入适量水 (经水计量槽 (V-1310) 加入), 转料至结晶釜 (R-1305)。

向结晶釜 (R-1305) 中加少量水 (经水计量槽 (V-1318) 加入), 常压下, 升温至40~50℃, 搅拌15分钟, 然后, 降温至5~15℃结晶, 转料至离心机 (M-1301) 离心, 离心液入离心液地槽 (V-1307), 回结晶釜套用多次后作为废水处理, 离心后固体为唑酮。

(2) 烯酮制备

向缩合釜 (R-1307/R-1308) 中加入定量苯 (来自苯料桶泵入, 经苯计量槽 (V-1324) 加入)、唑酮、2, 4-二氯苯甲醛及哌啶 (来自哌啶料桶, 经哌啶计量槽 (V-1325) 加入)、乙酸, 常压下升温至 $89 \pm 3^\circ\text{C}$ 回流反应约16h, 反应过程中脱除生成的水 (入废水接收槽 (V-1326, 去废水处理); 反应结束, 冷却至小于70℃, 加少量苯 (来自桶, 经苯计量槽 (V-1324) 加入) 和10%硫酸 (水 (经计量槽 (V-1320) 加入)、浓硫酸 (经硫酸计量罐 (V-1321) 加入在配酸釜 (R-1306) 中制备) 进行洗涤, 静置0.5h, 分去废水层 (入废水接收槽 (V-1326), 去废水处理), 有机层转至脱溶釜 (R-1309)。

常压下升温脱溶釜 (R-1309), 正常釜温控制在70~88℃回流脱水约2h (入废水接收槽 (V-1326), 去废水处理), 脱毕, 在-0.06~-0.095MPa、正常釜温控制在60~88℃

条件下蒸出苯（入苯接收槽（V-1328）、苯接收槽（二次凝液）（V-1329），回生产套用）；蒸毕，降温至室温，釜中加定量氯苯（来自罐区或V-1339，经氯苯计量槽（V-1330A/B/C）加入），得烯酮~氯苯液。

（3）烯酮硫酸盐制备

将上步烯酮~氯苯液用泵转至转位釜（R-1310/R-1311），再加定量氯苯（来自罐区，经氯苯计量槽（V-1330A~C）加入），开始滴加硫酸（来自桶，经硫酸计量槽（V-1331）加入），在常压下控制反应温度10~35℃，滴加时间约2h；加料结束，向釜中加入适量溴素（cat），在85~90℃保温8小时，保温结束冷却至室温，转料至离心机（M-1303）离心，离心液入离心液地槽（V-1332）（转氯苯母液槽（V-1333），去氯苯脱溶釜（R-1312A,B）），离心后固体为转位烯酮硫酸盐去水解釜（R-1314）。

向氯苯脱溶釜（R-1312A,B）中加入适量水（来自V-1348A）、液碱（来自罐区，经液碱计量槽（V-1334）加入），在-0.06~-0.095MPa、正常釜温控制在80~120℃条件下蒸出氯苯和水（入氯苯接收槽（V-1335）、二次凝液接收槽（V-1336））。

将氯苯和水转入水槽（V-1348B），静置分层，水层入废水槽（V-1338）去废水处理，有机层转入氯苯处理釜（R-1313）中，常压下、升温至正常釜温控制在90~138℃，回流脱水（入V-1338去废水处理），釜中物料冷却至常温，放入无水氯苯接收槽（V-1339）（回生产套用）。

（4）转位烯酮制备

向水解釜（R-1314）中加入定量水（来自V-1320）、苯（来自桶或V-1341/1342）、烯酮硫酸盐，常压下升温至50~55℃，静置分去废水入V-1326（去废水处理），有机相在加定量水（来自V-1320）、加适量液碱（来自V-1351），调PH值在6~7，然后分去废水层（入烯酮废水槽（V-1326）去废水处理），有机层升温至正常釜温控制在70~88℃的条件下，回流脱水（去废水处理）2h；脱毕，在-0.06~-0.095MPa、正常釜温控制在60~88℃条件下蒸出苯（入苯接收槽（V-1341）、二次凝液接收槽（V-1342），回生产套用），蒸毕，釜中料液降温至室温，加定量甲醇（来自罐区或（V-1346、V-1347），经甲醇计量槽（V-1340）加入），得烯酮~甲醇液。

（5）烯唑醇制备（还原）

向还原釜（R-1315）中加入定量上步烯酮~甲醇液，降温至5~10℃，再自动加料器自动加入定量硼氢化钾，反应温度控制在5~15℃，加料结束，在10~15℃再保温反

应2小时，保温结束，转料至脱溶釜（R-1316）。

升温脱溶釜（R-1316），在常压或 $-0.06\sim-0.095\text{MPa}$ 、正常釜温控制在 $60\sim90^{\circ}\text{C}$ 条件下脱除甲醇回生产套用；脱毕，向釜中加适量盐酸（来自V-1352）、水（来自V-1349），控制温度在 $78\sim82^{\circ}\text{C}$ 保温1小时，保温结束，降温至 $30\sim40^{\circ}\text{C}$ ，转料至过滤器（M-1304），滤液去废水接收槽（V-1350）去废水处理，滤饼送至干燥机（M-1305）烘干（在 $-0.06\sim-0.095\text{MPa}$ 、正常干燥温度控制在 $70\sim100^{\circ}\text{C}$ ）得烯唑醇原药，经包装入库。

3.5.6 氟酰胺项目

氟酰胺工序中间体2,6-二氟异氰酸酯合成生产工艺流程及产污环节见图3.11，3-氯-4-[1,1,2-三氟-2-(三氟甲氧基)乙氧基]苯胺制备生产工艺流程及产污环节见图3.12，氟酰胺制备工艺流程及产污环节见图3.13。

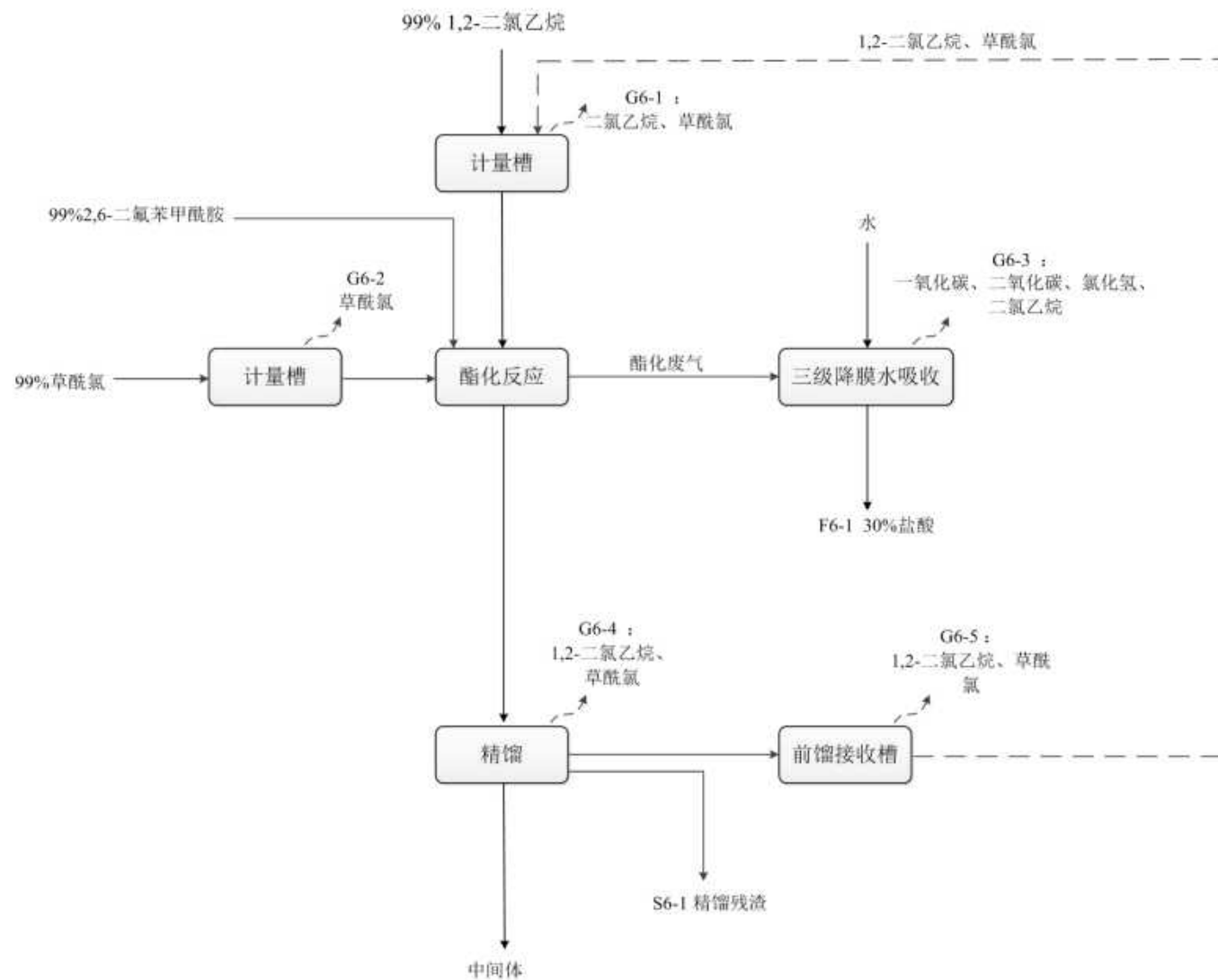
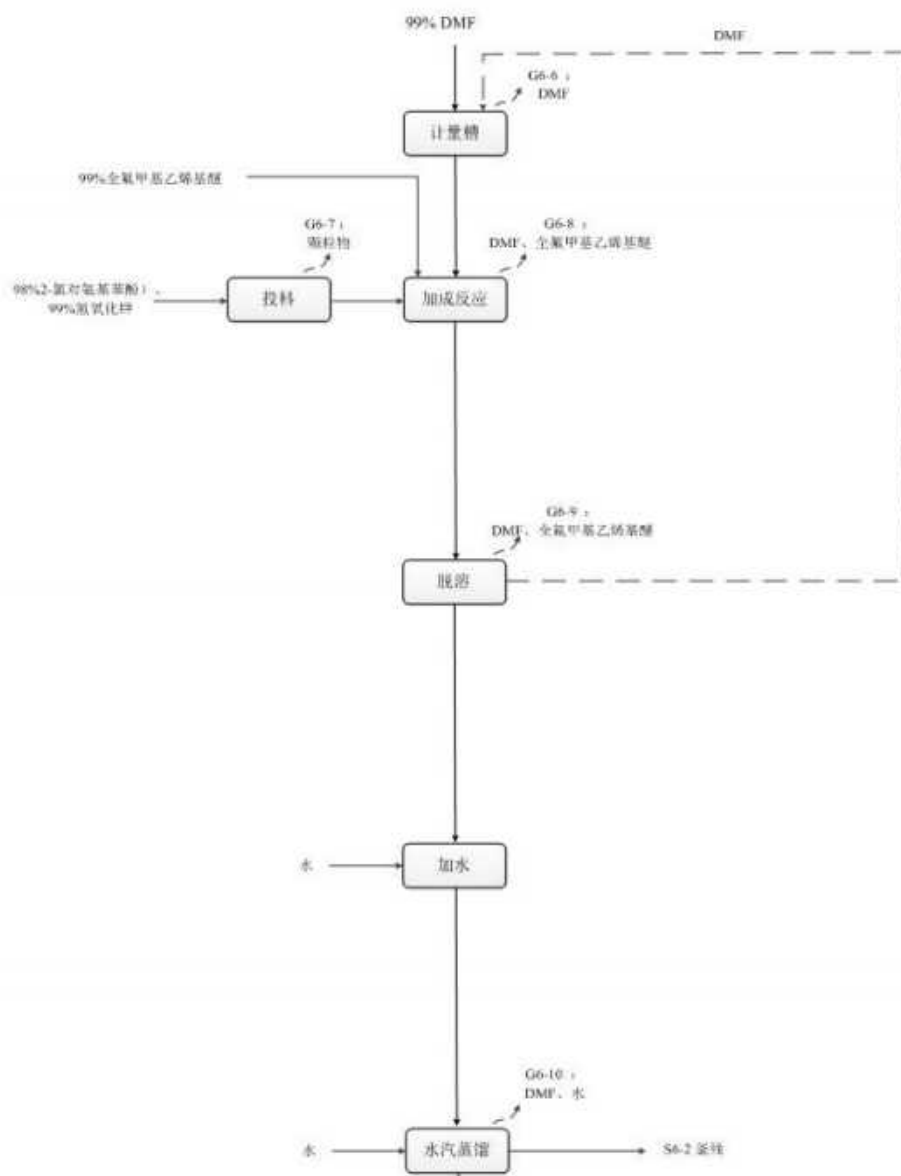
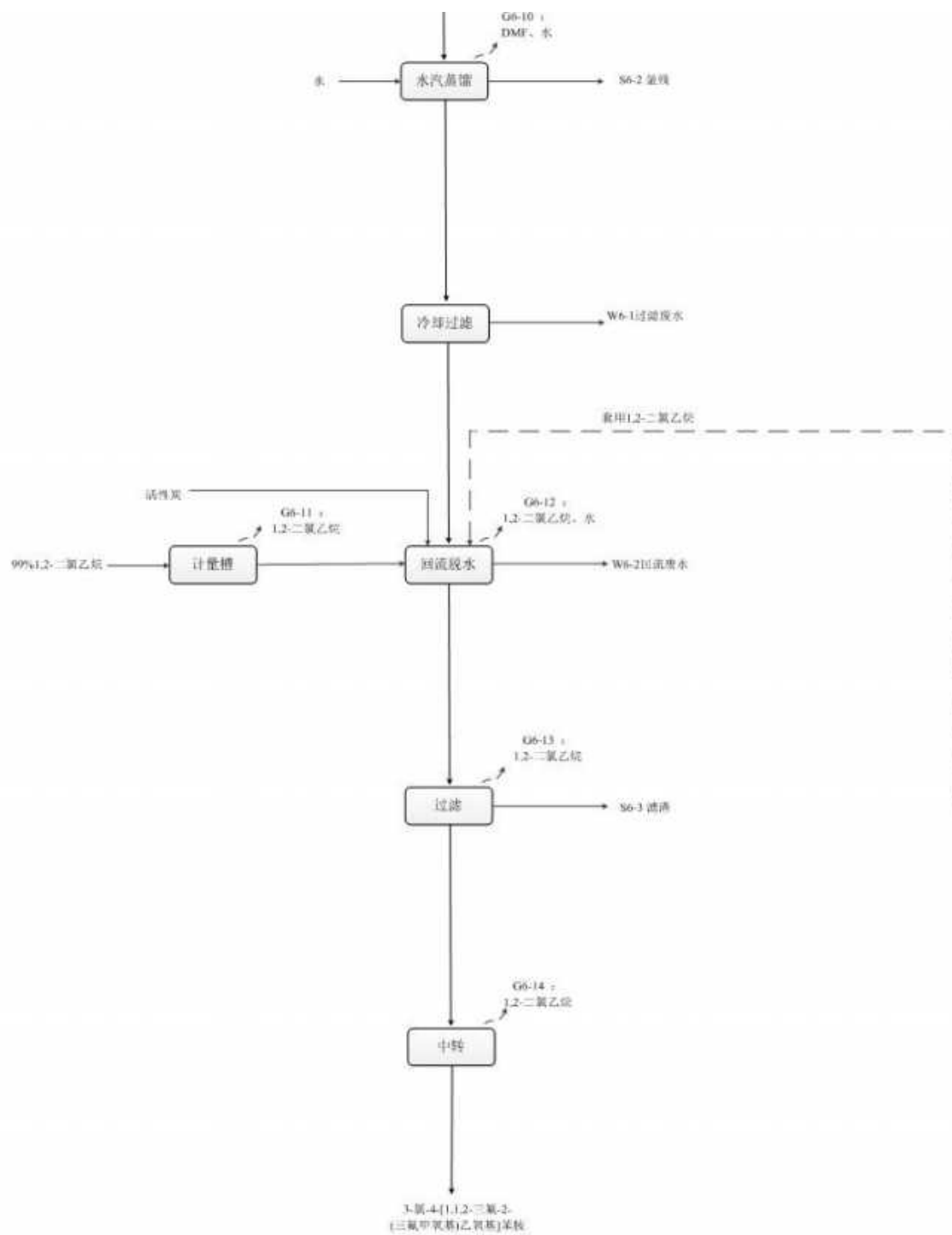


图3.11 2,6-二氟异氰酸酯合成生产工艺流程及产污环节图

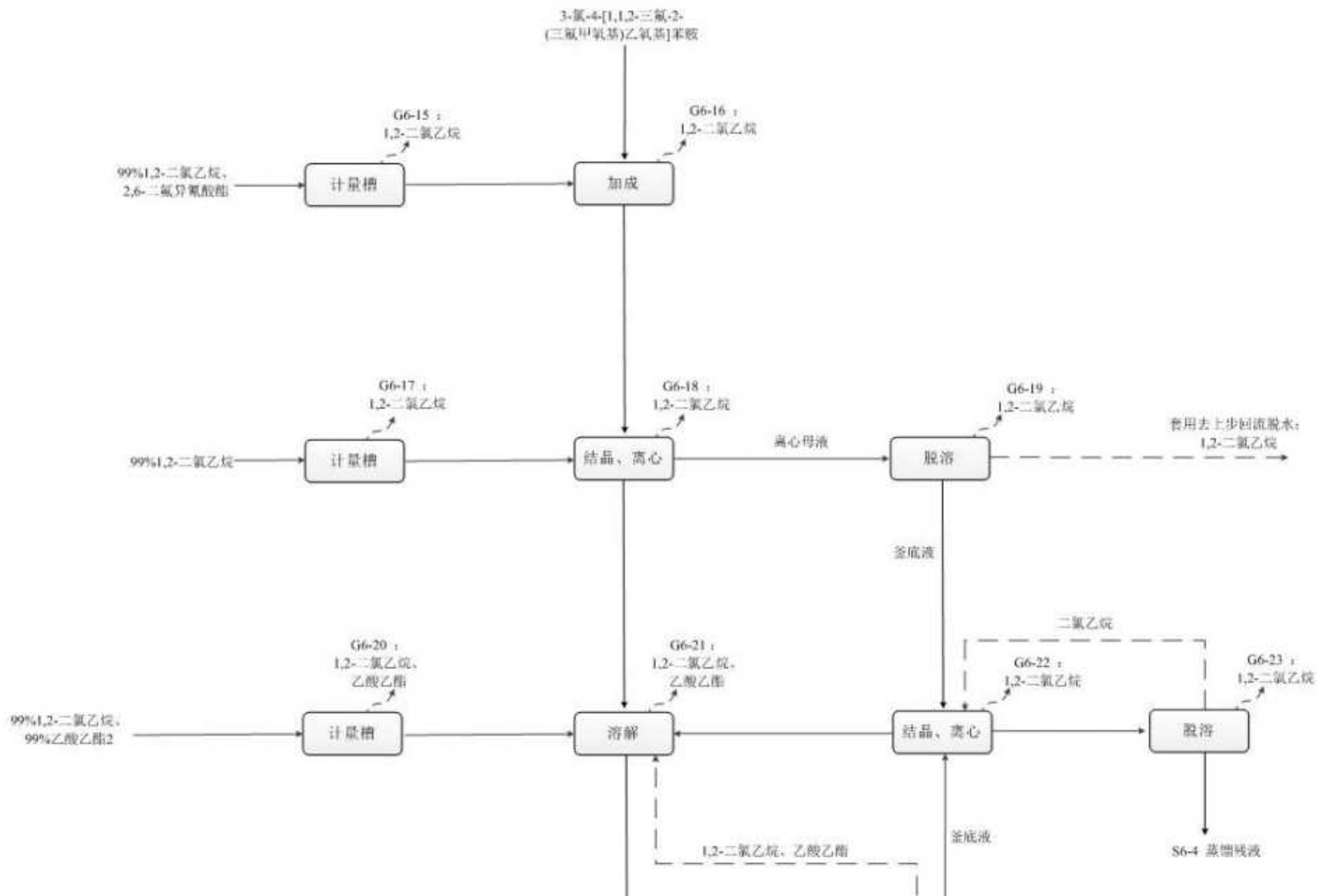


(一)

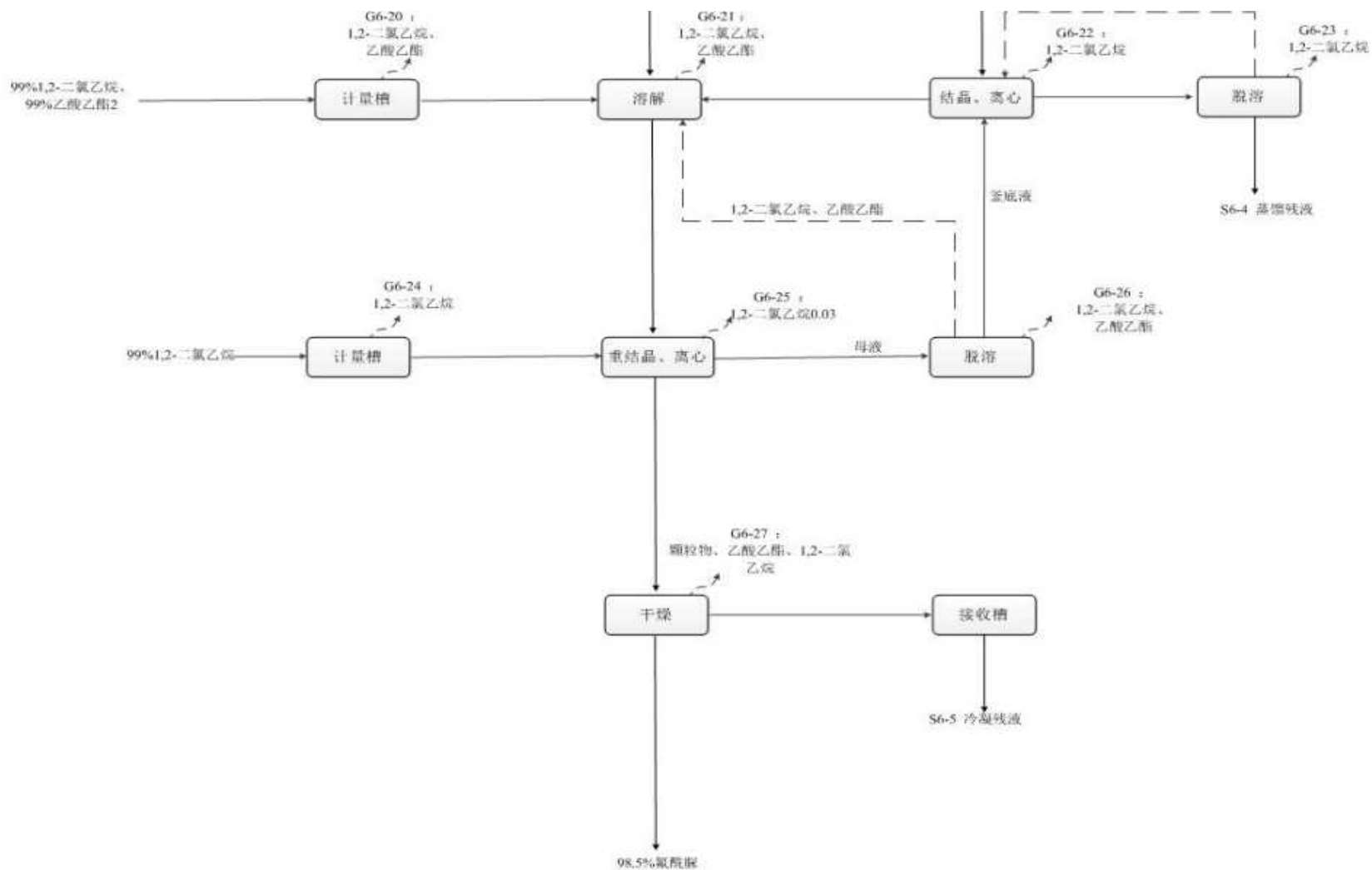


(二)

图3.12 3-氯-4-[1,1,2-三氟-2-(三氟甲氧基)乙氧基]苯胺合成生产工艺流程及产污环节图



(一)



(二)

图3.13 氟酰脲制备工艺流程及产污环节图

生产工艺流程及产污环节简述:

(1) 2,6-二氟异氰酸酯制备

向异氰酯化釜(R-1401)中加定量2,6-二氟苯甲酰胺, 1,2-二氯乙烷(来自罐区, 经二氯乙烷计量槽(V-1402A)加入), 常压下、将釜内温度冷却至0~10℃, 加入草酰氯(经草酰氯计量槽V-1401加入), 加料结束, 升温至24~35℃, 保温1-3小时, 再缓慢升温至40-85℃, 保温5小时。保温结束, 升温精馏, 在-0.06~-0.095MPa条件下、正常釜温控制在120~155℃, 在精馏塔(T-1401)塔顶温度60~120℃收集前馏份(主要是二氯乙烷、少量草酰氯)入前馏槽(V-1403)(回酯化釜套用投料), 在塔顶温度120~150℃收集2,6-二氟异氰酸酯入接收槽(V-1404), 精馏残渣作为固废处置。

酯化过程中产生的氯化氢及一氧化碳尾气经水吸收副产盐酸。

(2) 3-氯-4-[1,1,2-三氟-2-(三氟甲氧基)乙氧基]苯胺制备

来自钢瓶的全氟甲基乙烯基醚先进入蒸发器(E-1404)(汽化池水温40~60℃)汽化后, 再进入缓冲罐(V-1405A)(正常生产时压力控制在0.01~0.3MPa), 通过流量计调节一定的流量, 送至加成釜(R-1402A)。

向加成釜(R-1402A)中加定量DMF(来自罐区或V-1408B, 经DMF计量罐(V-1406A,B)加入)、2-氯对氨基苯酚、氢氧化钾, 常压下升温至45±2℃, 1h, 然后在缓慢降温至20-22℃, 1.5h, 开始通入全氟甲基乙烯基醚16h, 反应过程中保持温度在15-30℃; 通毕, 在此温度保温反应1-3小时(取样2-氯对氨基苯酚<3%), 然后转料至脱溶釜R-1403A。

升温脱溶釜(R-1403A), 在-0.06~-0.095MPa、正常釜温控制在100~130℃条件下蒸出DMF(入DMF接收槽(V-1408B, 回生产套用), 蒸毕, 釜中物料冷却至90-95℃, 在脱溶釜R-1403A加入定量的水(来自V-1409A), 转料至水汽蒸馏釜(R-1402B/R-1404B/R-1405A), 再加入适量水(来自V-1409A或V-1413), 常压下, 正常釜温控制在80~126℃条件下, 蒸出3-氯-4-[1,1,2-三氟-2-(三氟甲氧基)乙氧基]苯胺和水入接受釜(R-1403B/R-1404A/R-1405B), 接收釜内物料冷却放料抽滤, 滤液入废水接收槽(V-1408A/V-1416B/V-1418A)去废水处理, 过滤物为3-氯-4-[1,1,2-三氟-2-(三氟甲氧基)乙氧基]苯胺精制品。蒸馏结束, 水汽蒸馏釜中蒸馏残液冷却后作为固废外送处理。

向混合釜(R-1407A,B/R-1406B)中加定量3-氯-4-[1,1,2-三氟-2-(三氟甲氧基)乙氧基]

苯胺精制品、二氯乙烷（来自罐区，经二氯乙烷计量槽（V-1419A~B）加入）加入活性炭脱色，搅拌，在常压下升温至正常釜温控制在70~88℃，回流脱水入废水接收槽（V-1422/V-1412/V-1417A）去废水处理。然后冷却至室温后转料至板式过滤器（M-1405）过滤（滤渣作为固废处置），滤液入中转釜R-1409A，用蒸汽调温至40-50℃，搅拌15分钟，再转入加成釜R-1408AB。

（3）氟酰胺制备

向加成釜（R-1408A,B）中加适量二氯乙烷（来自罐区，经二氯乙烷计量槽（V-1419A~B）加入），降温至0-10℃，开始滴加2,6-二氟异氰酸酯（自接收槽（V-1404/V-1410B）来），滴加过程中控制温度在5-15℃，滴加结束，于20-28℃下反应5小时，升温回流（80-88℃），保温半小时。保温结束，冷却至10-20℃进行结晶，然后转料至离心机（M-1401/M-1406）离心，并用二氯乙烷（来自罐区，经二氯乙烷槽（V-1420B/1419A）加入）洗涤离心固体，离心液入离心液地槽（V-1411/V-1421）（转母液槽（V-1416A/V-1423），去二氯乙烷脱溶釜（R-1409B）），离心后固体为氟酰胺粗品。

二氯乙烷脱溶釜R-1409B，在常压、正常釜温控制在70~90℃的条件下，蒸出二氯乙烷（入二氯乙烷接收槽（V-1427/V-1433A），回生产套用），蒸毕，釜中余料去母液结晶釜（R-1413）（回收氟酰胺）。

向溶解釜（R-1410）中加入适量二氯乙烷（来自罐区，经二氯乙烷计量槽（V-1424）加入）、乙酸乙酯（来自罐区，经乙酸乙酯计量槽（V-1425）加入）、氟酰胺粗品，常压下升温至75-88℃，回流1小时，然后冷却至常温，转料至结晶釜（R-1411）。

结晶釜（R-1411）在常压下，升温至40-50℃，搅拌15分钟，然后降温至5-12℃，搅拌保温1小时，然后转料至密闭式离心机（M-1407）离心，并用二氯乙烷（来自罐区，经二氯乙烷槽（V-1429）加入）洗涤离心固体，离心液入离心液地槽（V-1426）去脱溶釜（R-1412），离心后固体送至干燥机（M-1408）烘干（-0.06~-0.095MPa、正常干燥温度控制在60~80℃）得成品氟酰胺，经包装入库。

将母液转至脱溶釜（R-1412），在常压、正常釜温控制在70~90℃条件下蒸出二氯乙烷、乙酸乙酯（入接收槽（V-1428），回生产套用），蒸毕，冷却至常温，釜中余液去母液结晶釜（R-1413）。

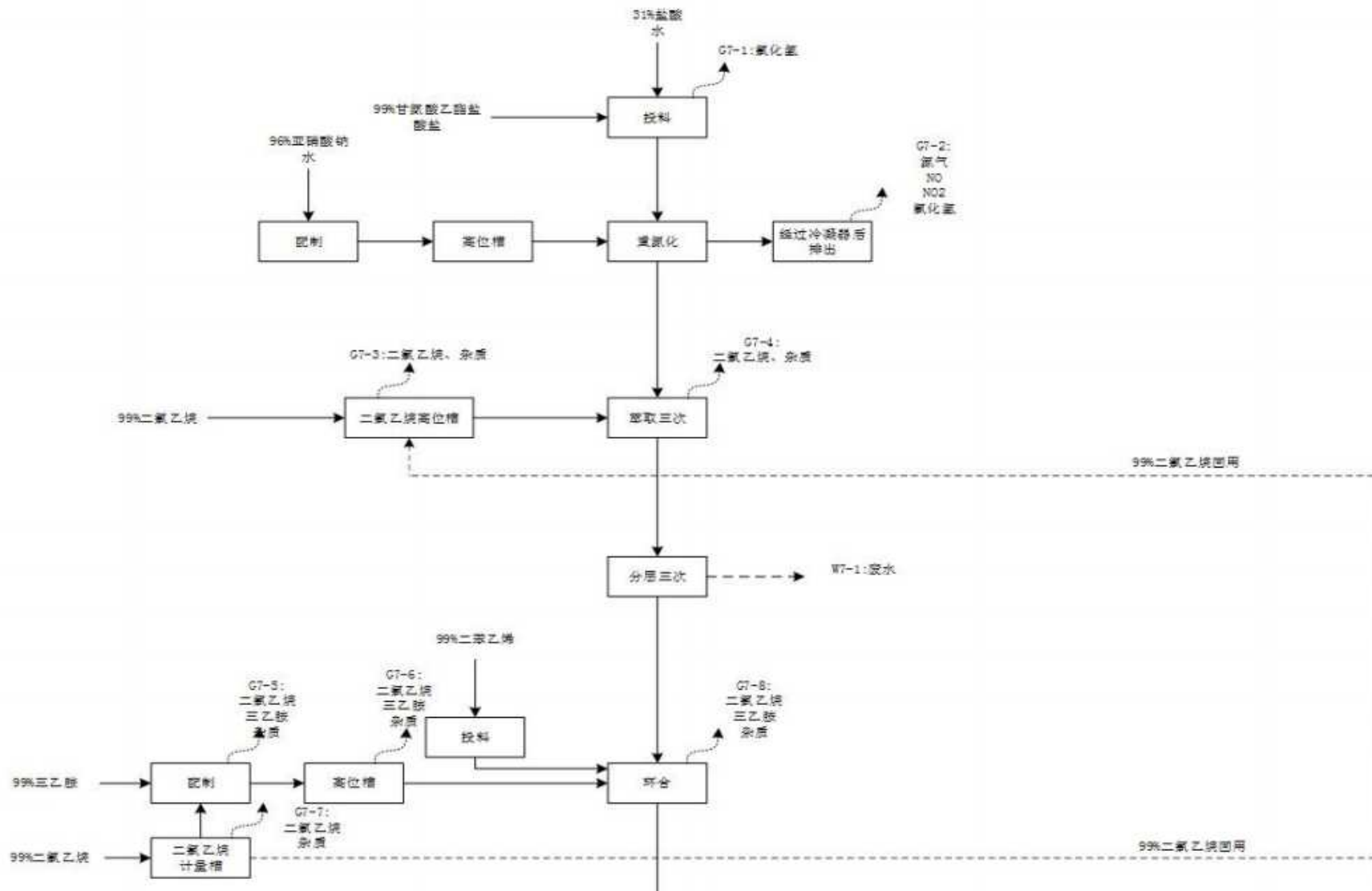
母液结晶釜（R-1413）在常压下，升温至40-50℃，搅拌15分钟，然后降温至5-12℃，

搅拌保温1小时，转料至密闭式离心机（M-1407）（和上步结晶共用离心设备）离心，并用二氯乙烷（来自罐区，经二氯乙烷槽（V-1429）加入）洗涤离心固体，离心液入离心液地槽（V-1426）去残液母液脱溶釜（R-1414），离心后固体为氟酰脲粗品（去上步溶解釜）。

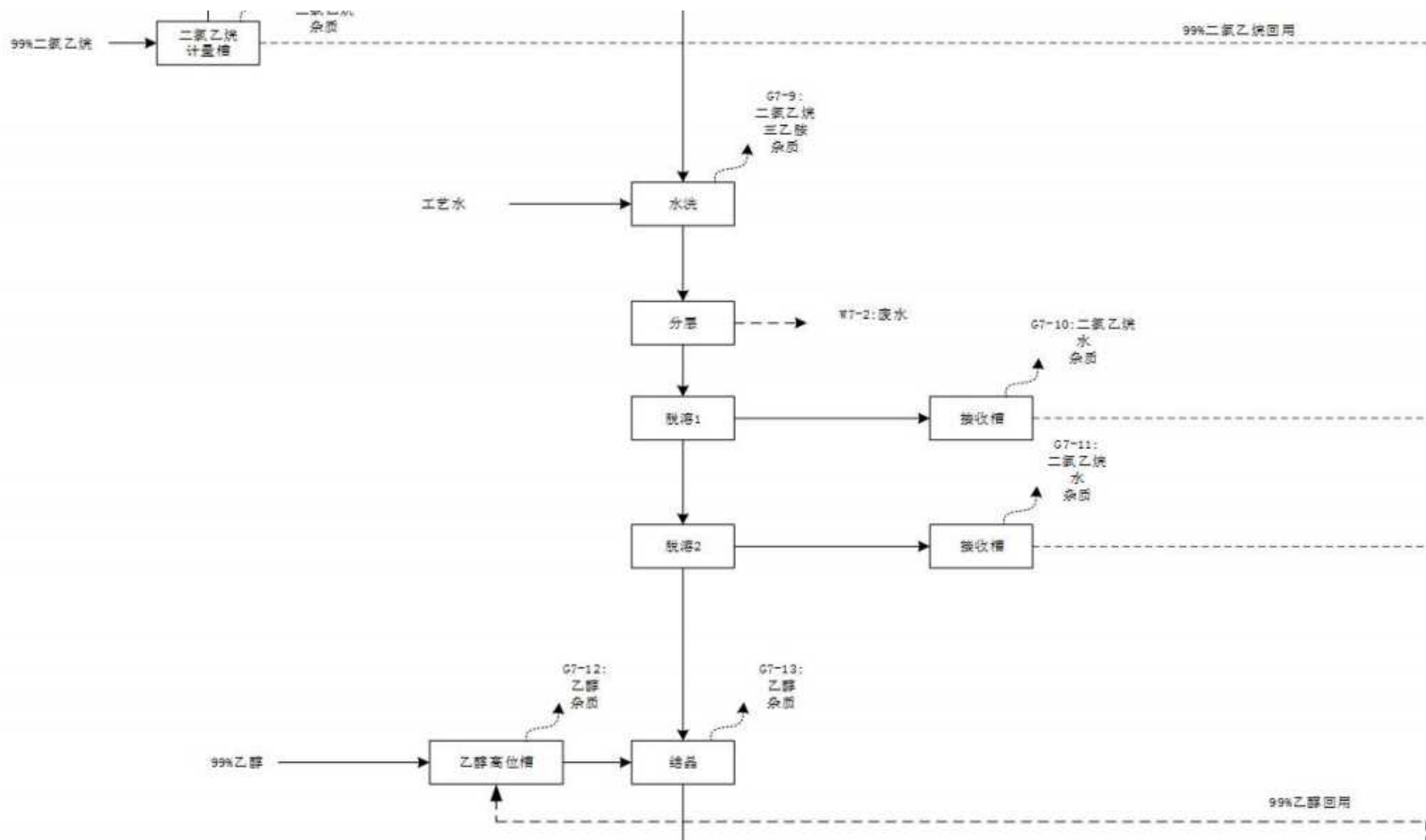
向母液脱溶釜（R-1414）中加定量二氯乙烷（来自罐区，经二氯乙烷槽（V-1429）加入），然后在常压、正常釜温控制在70~110℃的条件下蒸出二氯乙烷（入接收槽（V-1430/V-1433B），回生产套用），蒸馏残液作为固废外送处理。

3.5.7 双苯恶唑酸项目

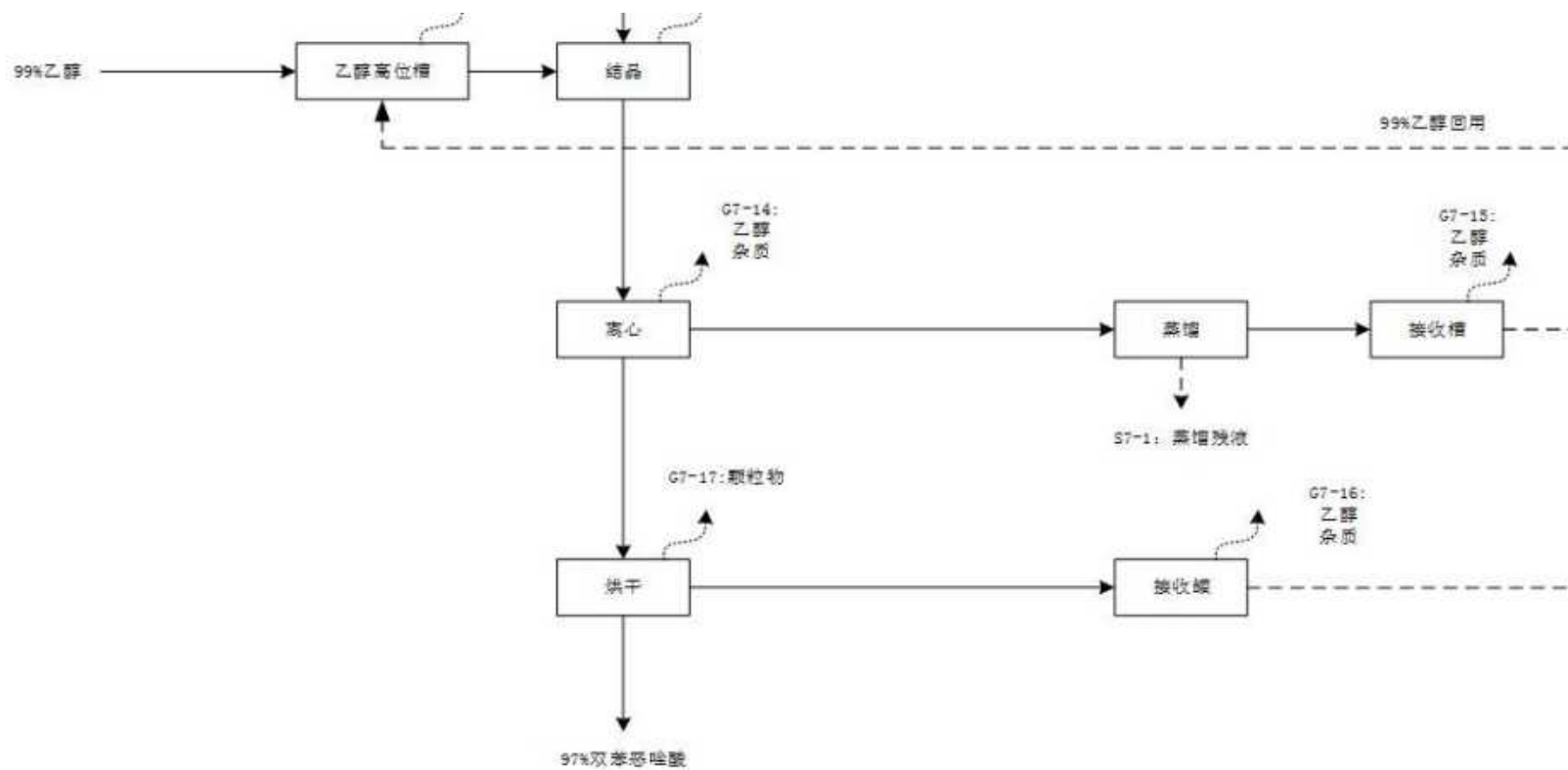
双苯恶唑酸项目工艺流程及产污环节见图3.14。



(一)



(二)

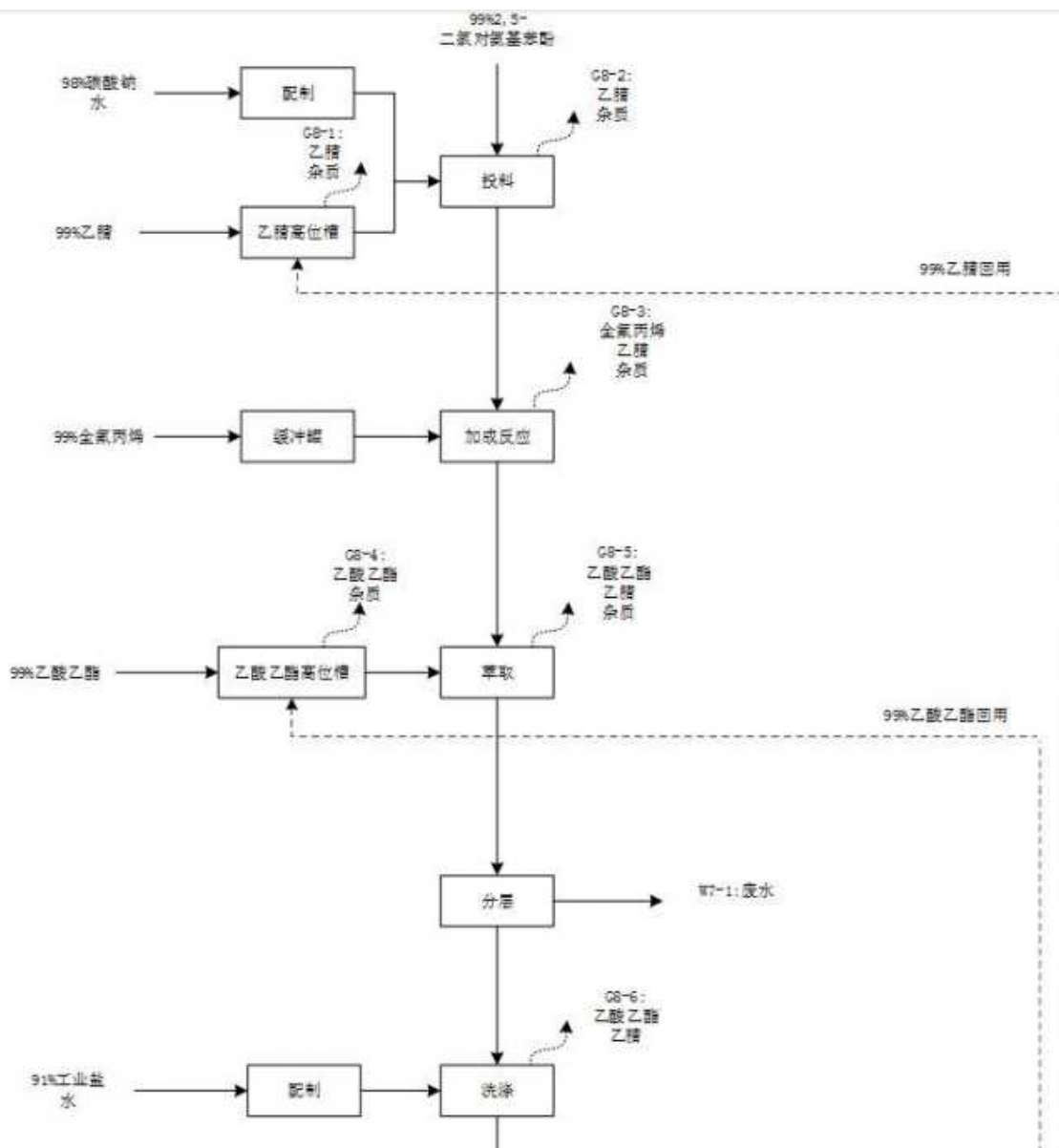


(三)

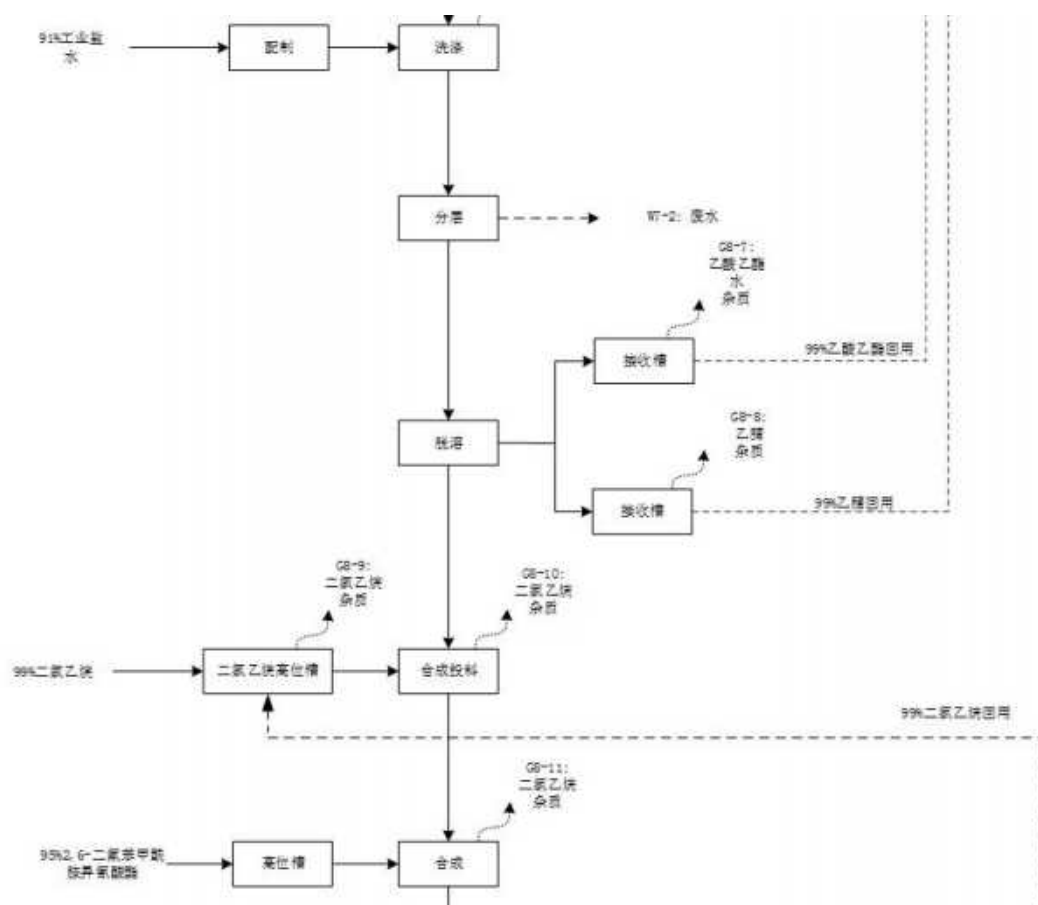
图3.14 双苯恶唑酸生产工艺流程及产污环节图

3.5.8 虱螨脲项目

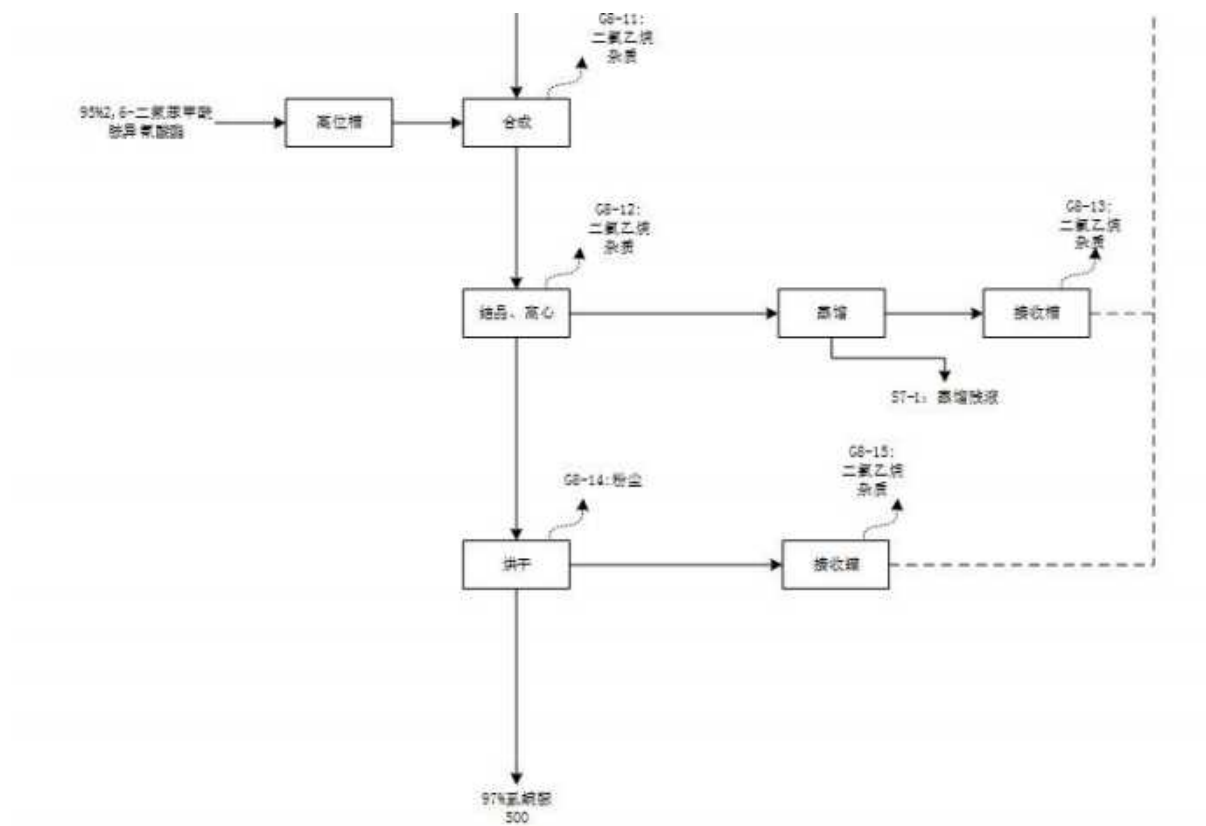
虱螨脲项目工艺流程及产污环节见图 3.15。



(一)



(二)



(三)

图 3.15 虱螨脲项目工艺流程及产污环节图

生产工艺流程及产污环节简述:

(一)2, 5-二氯-4-六氟丙氧基苯胺

加成反应:

从人孔口向加成釜(R-1901)中投入定量2,5-二氯对氨基苯酚,从乙腈计量槽(V-1901)(桶装料由泵送入计量槽)向釜中放入定量乙腈,从碳酸钠配制釜(R-1902)(碳酸钠和水配制)向加成釜(R-1901)中再放入定量碳酸钠水溶液,搅拌混匀后,在常压、打开冷冻水调节温度至20℃条件下向釜中开始通入全氟丙烯气体(来自钢瓶的全氟丙烯,经汽化池(E-1901)中汽化后,先进入缓冲罐(V-1902),再进入加成釜(R-1901)。汽化池(E-1901)中水温40℃,缓冲罐(V-1902)中压力 $\leq 0.2\text{Mpa}$),于常温、常压下反应约15小时,反应结束,转料至萃取釜(R-1903)。

从乙酸乙酯计量槽(V-1903)(来自罐区储罐)向萃取釜(R-1903)中加入定量乙酸乙酯,搅拌萃取一段时间,然后静置分层,分水层入废水接收槽(V-1904)(去废水处理),釜中有机相加入食盐水溶液(氯化钠、水在配制釜(R-1904)中制备),搅拌洗涤后分层,分水层入废水接收槽(V-1904)(去废水处理),釜中有机相在常压、打开蒸汽阀门升温在70~85℃左右条件下蒸出乙酸乙酯和乙腈,经冷凝后入乙酸乙酯接收槽(V-1905)和乙腈接收槽(V-1906)(回生产套用),蒸毕,关闭蒸汽阀门打开循环水冷却至室温转料至酰化釜(R-1905)。

(二)虱螨脲

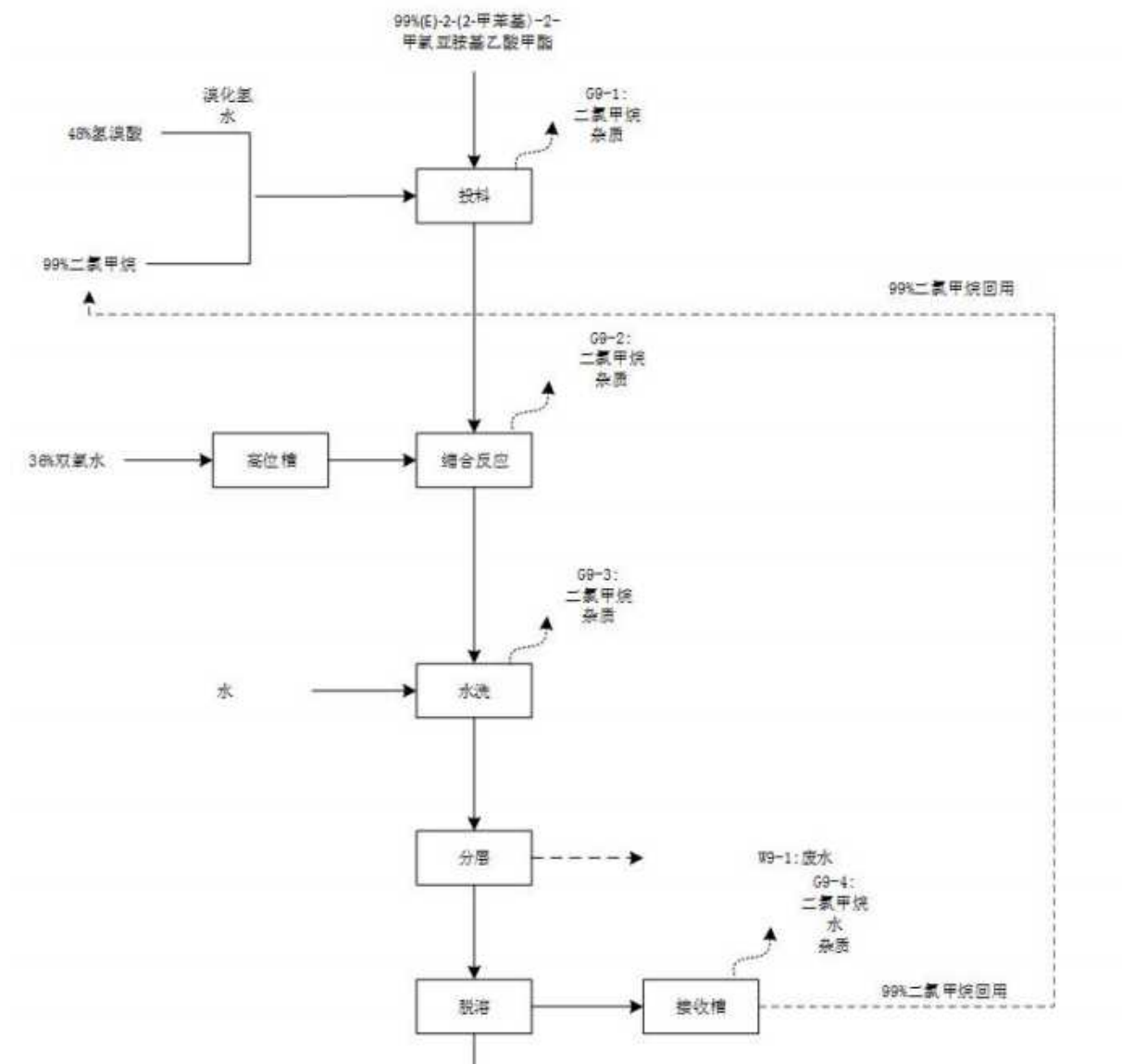
缩合反应:

从二氯乙烷计量槽(V-1908A, B)(来自罐区储罐)向酰化釜(R-1905A, B)中放入定量二氯乙烷,搅拌,常压下打开蒸汽阀门升温至30℃左右后关闭蒸汽,从计量槽(V-1907A, B)(桶装、由泵送入)向釜中开始滴加2, 6-二氟苯甲酰异氰酸酯,控制反应温度在30~35℃,约3小时反应结束,然后打开冷冻水冷却至-5~0℃结晶,再转料至离心机(M-1901A, B)离心,离心液入地槽(V-1909A, B)(转母液槽V-1910A, B),离心固体送至真空干燥器(M-1902)(-0.08Mpa、60℃)干燥(干燥前先使氮气破真空),得成品虱螨脲,经粉碎后包装入库,干燥尾气经冷凝回收得二氯乙烷回用。

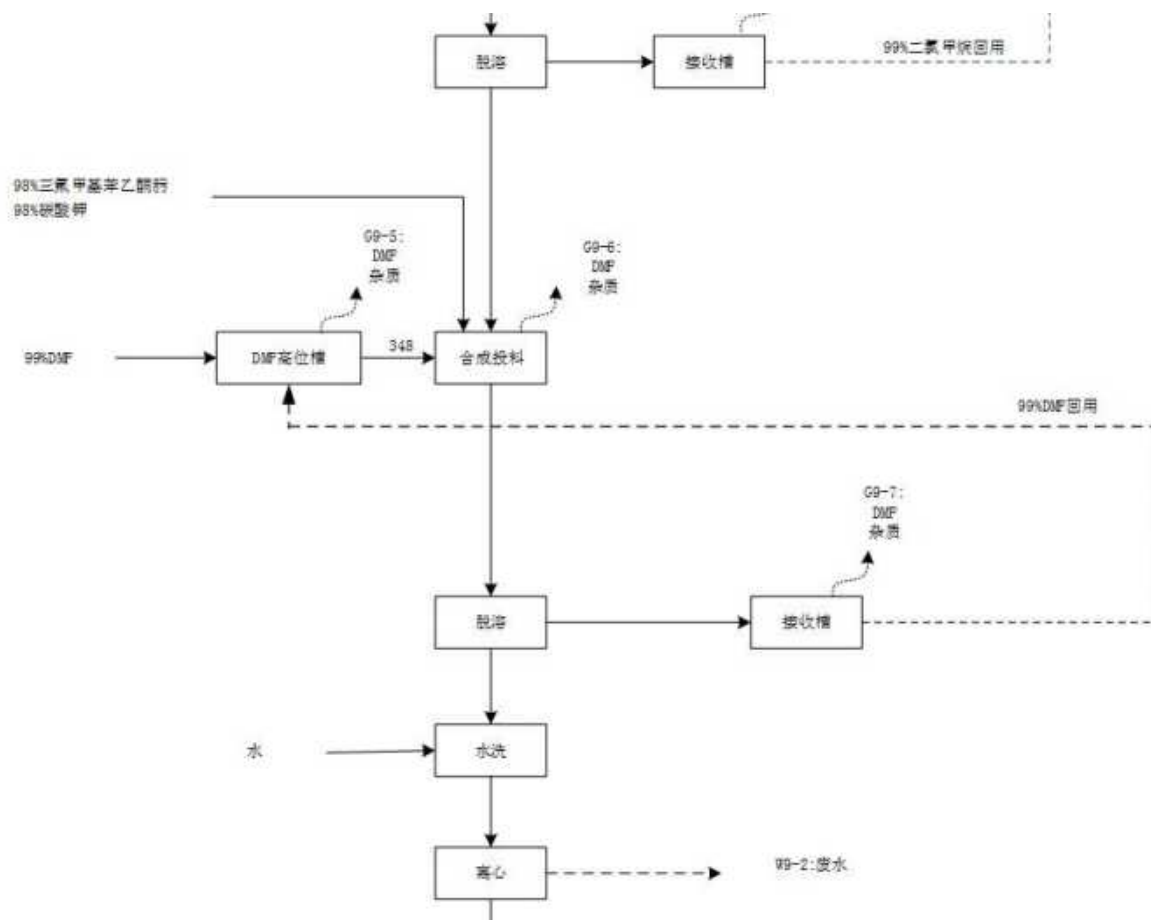
将母液槽中离心液转至脱溶釜(R-1906),在-0.09Mpa、打开蒸汽阀门升温至70℃左右条件下蒸出二氯乙烷,经冷凝后入二氯乙烷接收槽(V-1911)(回生产套用),蒸毕,釜中蒸馏残液作为固废外送处理。

3.5.9 肟菌酯项目

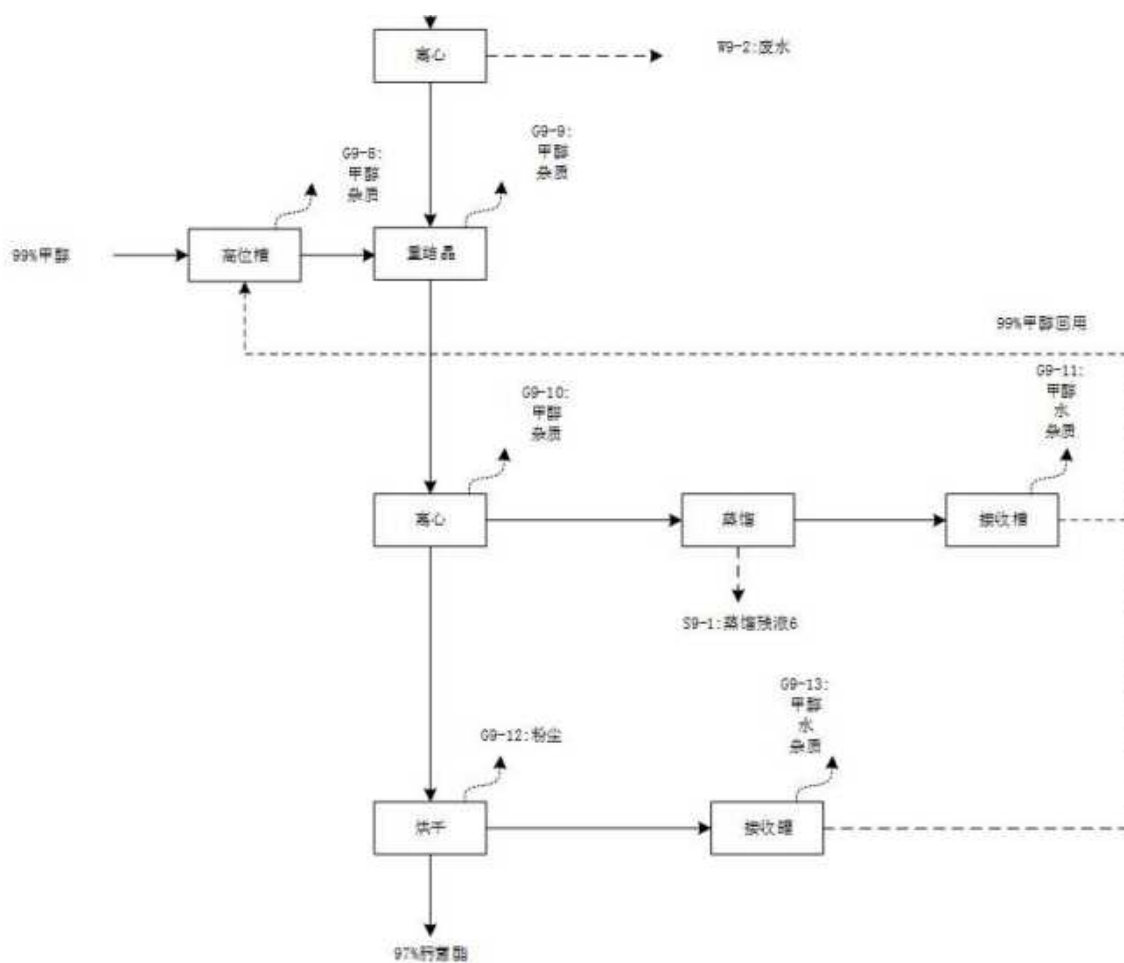
肟菌酯项目工艺流程及产污环节见图3.16。



(一)



(二)



(三)

图 3.16 肱菌酯项目工艺流程及产污环节图

生产工艺流程及产污环节简述:

(一) (E)-2-(2-溴甲基苯基)-2-甲氧亚胺基乙酸甲酯

缩合反应:

分别向缩合釜(R-5401)中放入定量二氯甲烷、48%氢溴酸(桶装,由泵送入),从人孔口向釜中放入定量(E)-2-(2-甲基苯基)-2-甲氧亚胺基乙酸甲酯,搅拌,常压下调釜温在30℃左右,从双氧水计量槽(V-5403)(桶装,由泵送入)向釜中开始滴加双氧水,滴加过程中控制反应温度在30~35℃,约6小时反应结束,再向釜中加适量水,搅拌洗涤后分层,分水层入废水槽(V-5404)去废水处理,釜中有机层转料至二氯甲烷脱溶釜(R-5402)。

升温二氯甲烷脱溶釜(R-5402),在常压、打开蒸汽加热至40℃条件下蒸出二氯甲烷,经冷凝后入二氯甲烷接收槽(V-5405)(回生产套用),蒸毕,关闭蒸汽打开循环水冷却至室温,得(E)-2-(2-溴甲基苯基)-2-甲氧亚胺基乙酸甲酯,转料至下步缩合釜(R-5403)。

(二) 肟菌酯

缩合反应:

从DMF计量槽(V-5406)(来自桶中)向缩合釜(R-5403)中放入定量DMF,从人孔口向釜中加入定量间三氟甲基苯乙酮肟、碳酸钾,搅拌,常压下打开蒸汽升温至30℃左右,控制在30℃左右反应8小时,反应结束,转料至DMF脱溶釜(R-5404)。

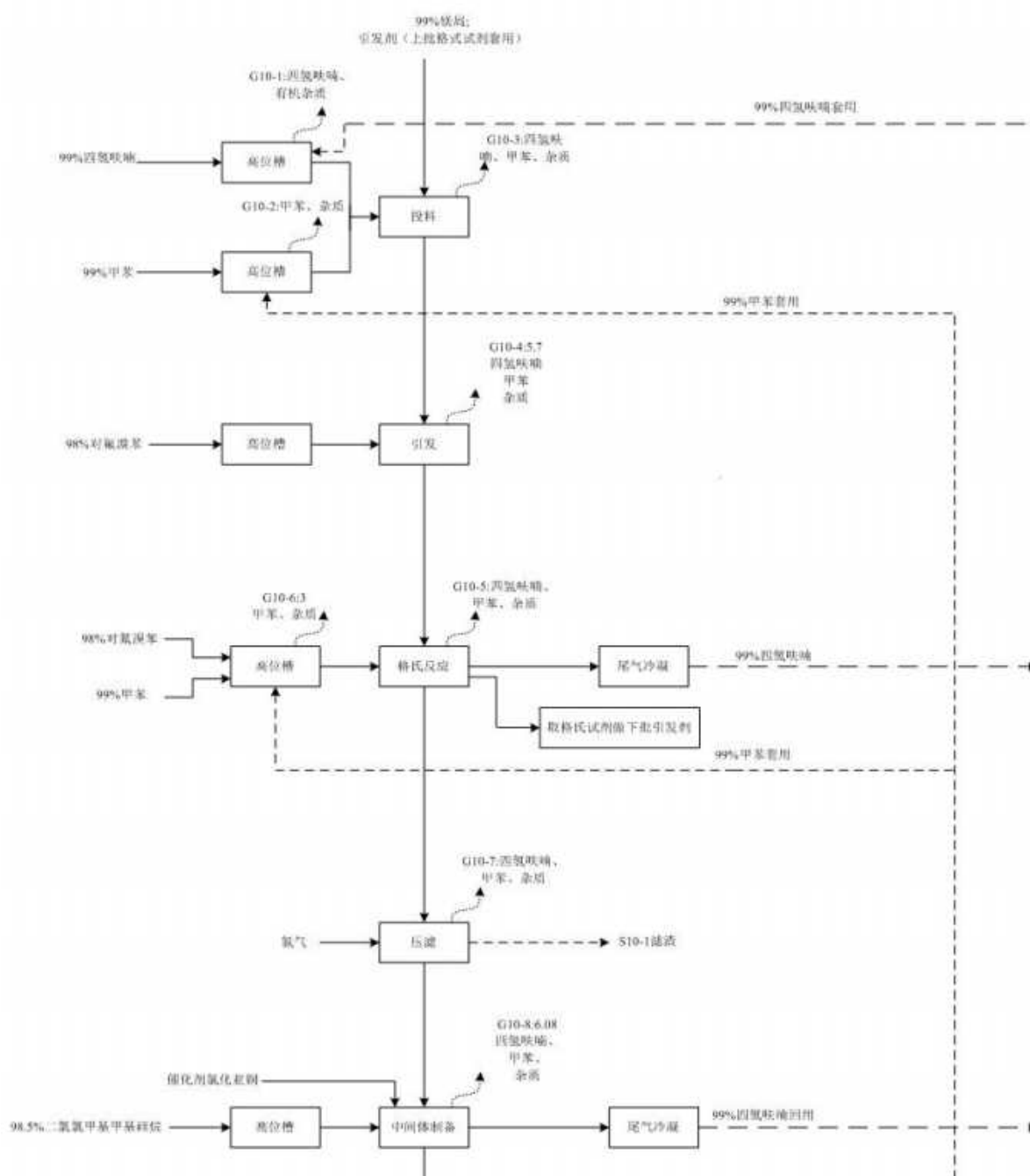
升温DMF脱溶釜(R-5404),在-0.095MPa、打开蒸汽升温至130℃条件下蒸出DMF,经冷凝后入DMF接收槽(V-5407)(回生产套用),蒸毕,关闭蒸汽打开循环水降温至50℃左右,向釜中加定量水,搅拌2小时,放料至离心机(M-5401)离心,离心液入地槽(V-5408)转废水槽(V-5404共用)去废水处理,离心物为肟菌酯粗品。

从甲醇计量槽(V-5410)(来自桶中)向重结晶釜(R-5405)中加定量甲醇,从人孔口向釜中加定量肟菌酯粗品,搅拌,常压下打开蒸汽升温至50~60℃,至釜中物料全部溶解,再关闭蒸汽打开冷冻水缓慢冷却至20℃结晶,然后放料至离心机(M-5402)离心,离心液入地槽(V-5411)(转脱溶釜(R-5406)),离心固体送至真空干燥机(M-5403)(干燥前先使氮气破真空),在-0.08Mpa、40℃条件下干燥,得成品肟菌酯,经冷却后包装入库。干燥尾气经冷凝回收得甲醇回用。

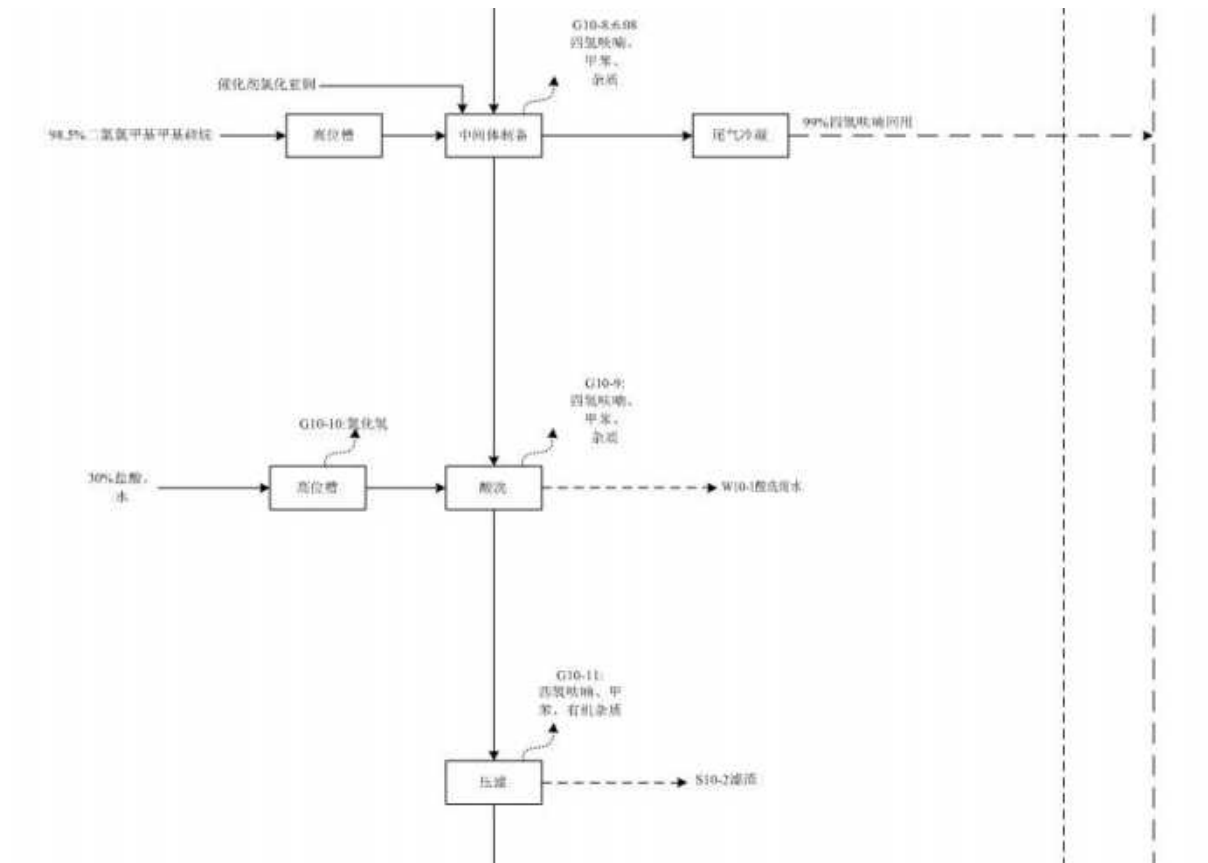
将脱溶釜(R-5406)升温,在常压、打开蒸汽升温至70℃条件下蒸出甲醇,经冷凝后入甲醇接收槽(V-5413)(回生产套用),蒸毕,蒸馏残液作为固废外送处理。

3.5.10 氟硅唑项目

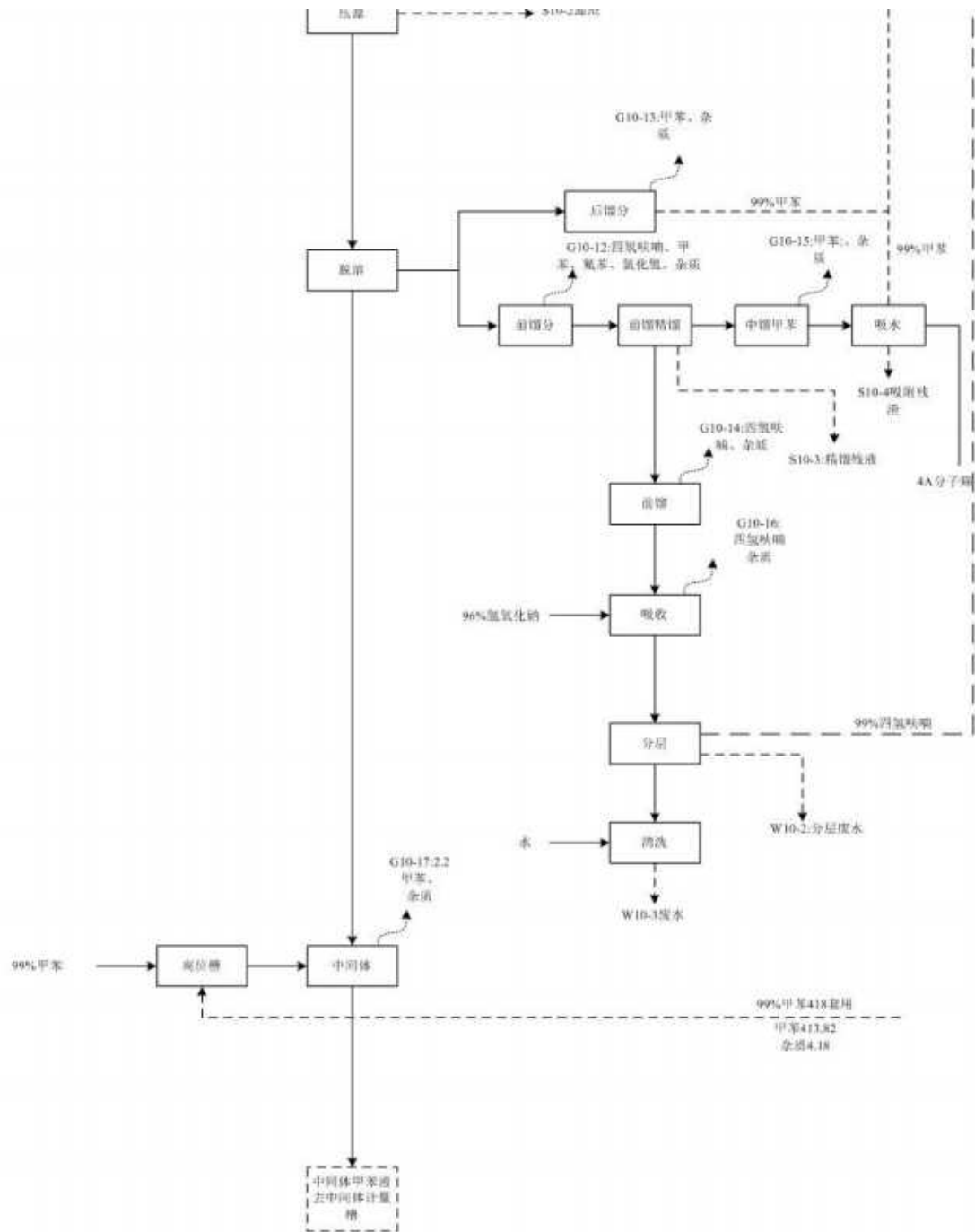
氟硅唑项目工艺流程及产污环节见图3.17。



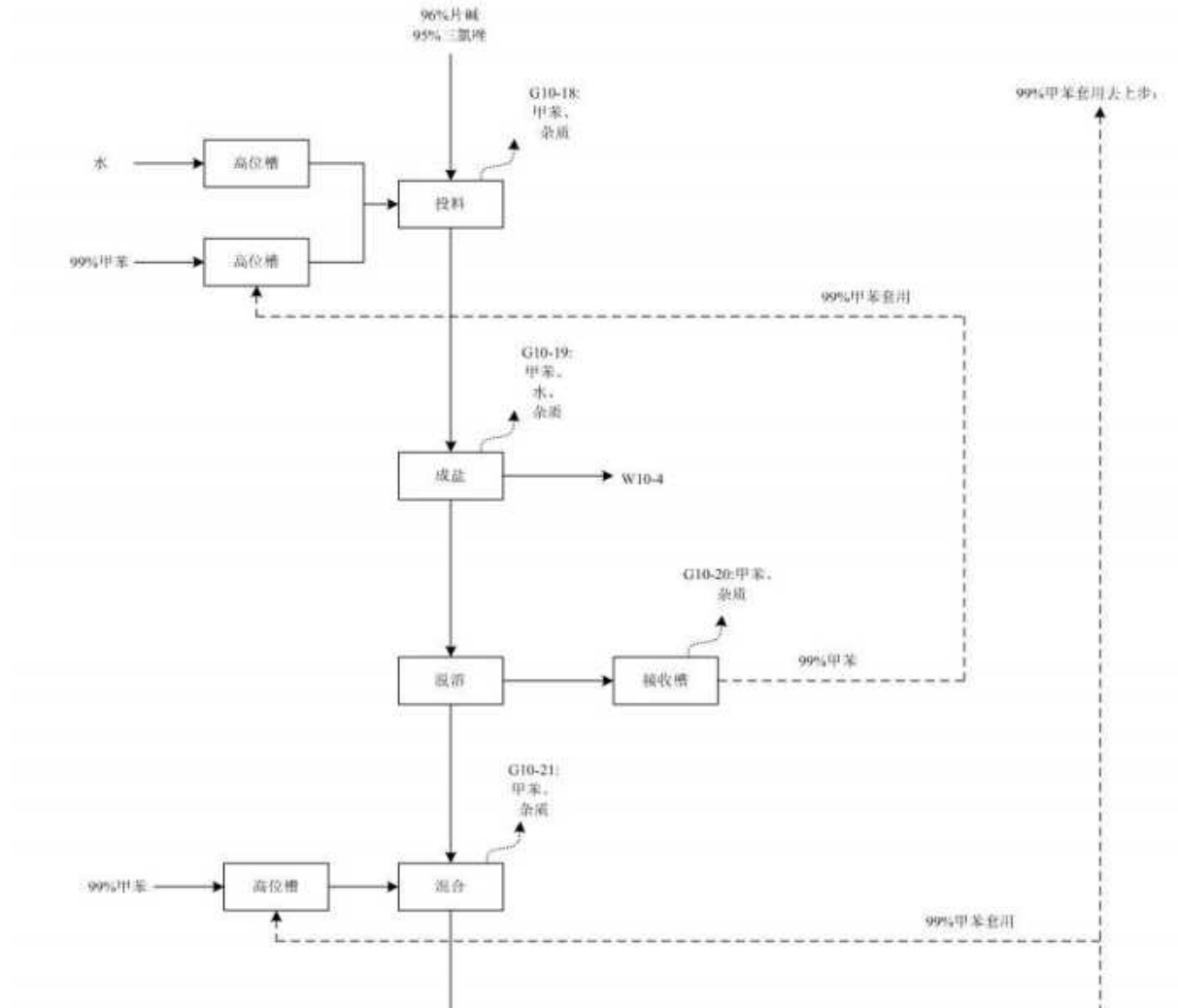
(一)



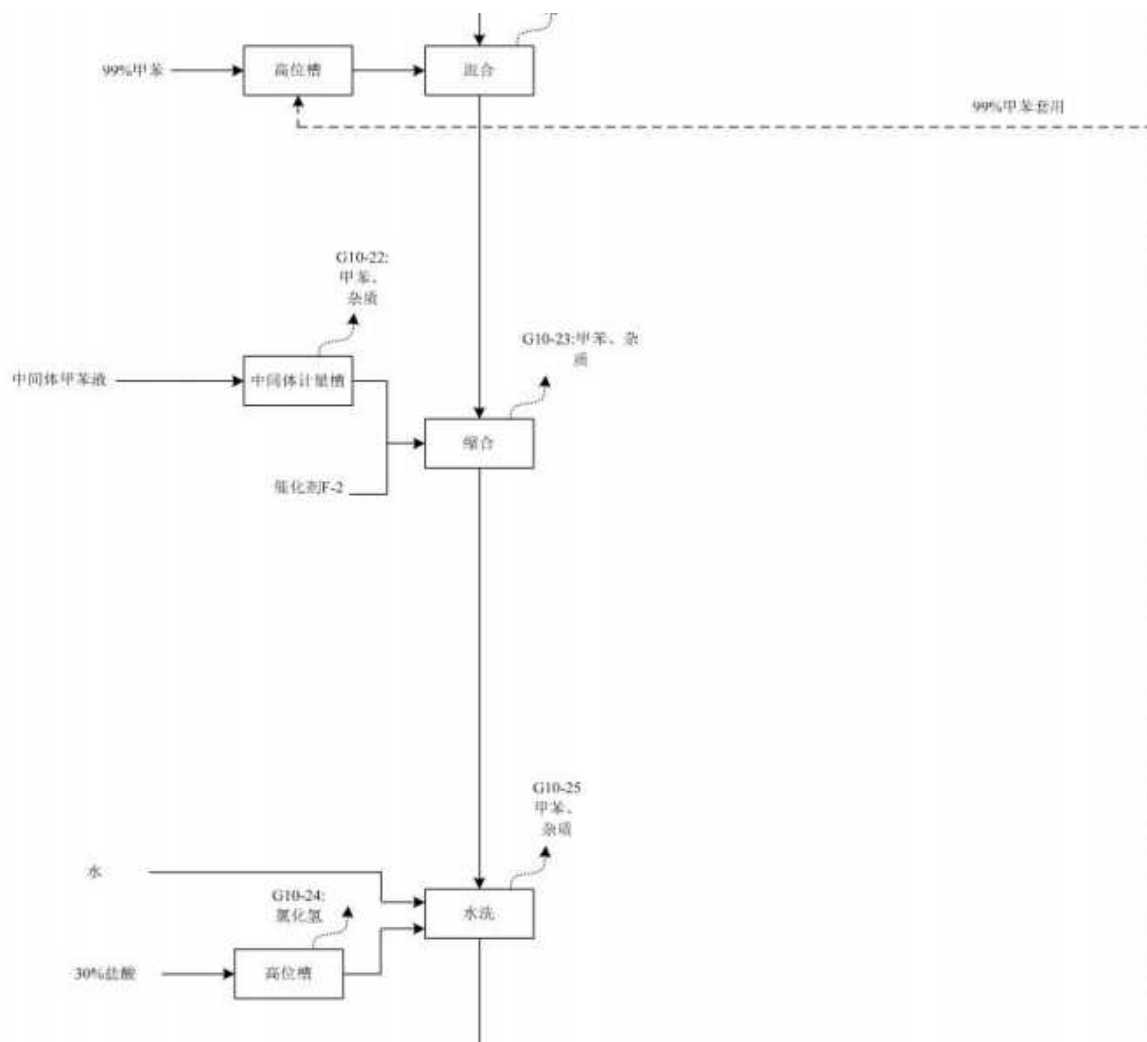
(二)



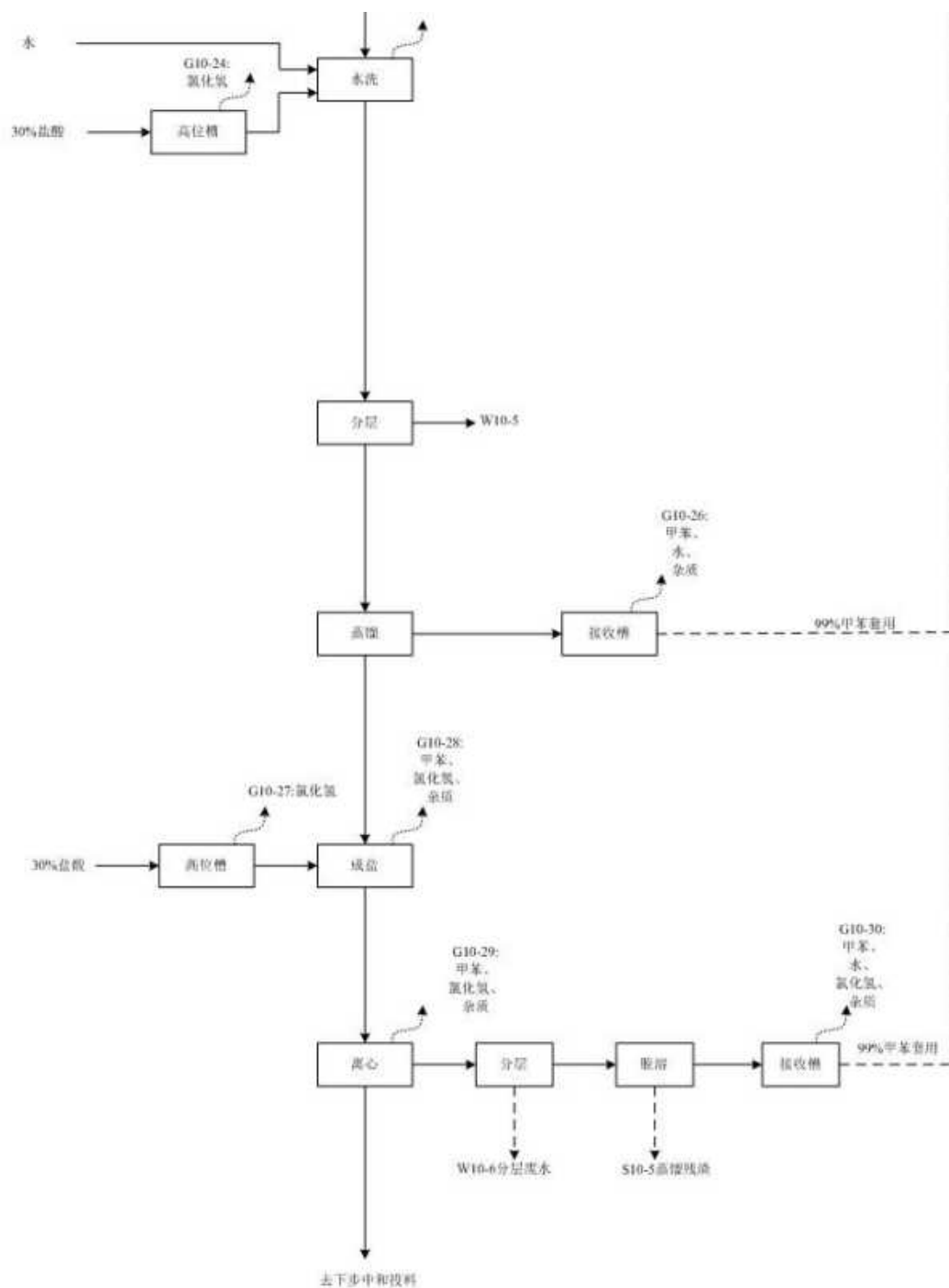
(三)



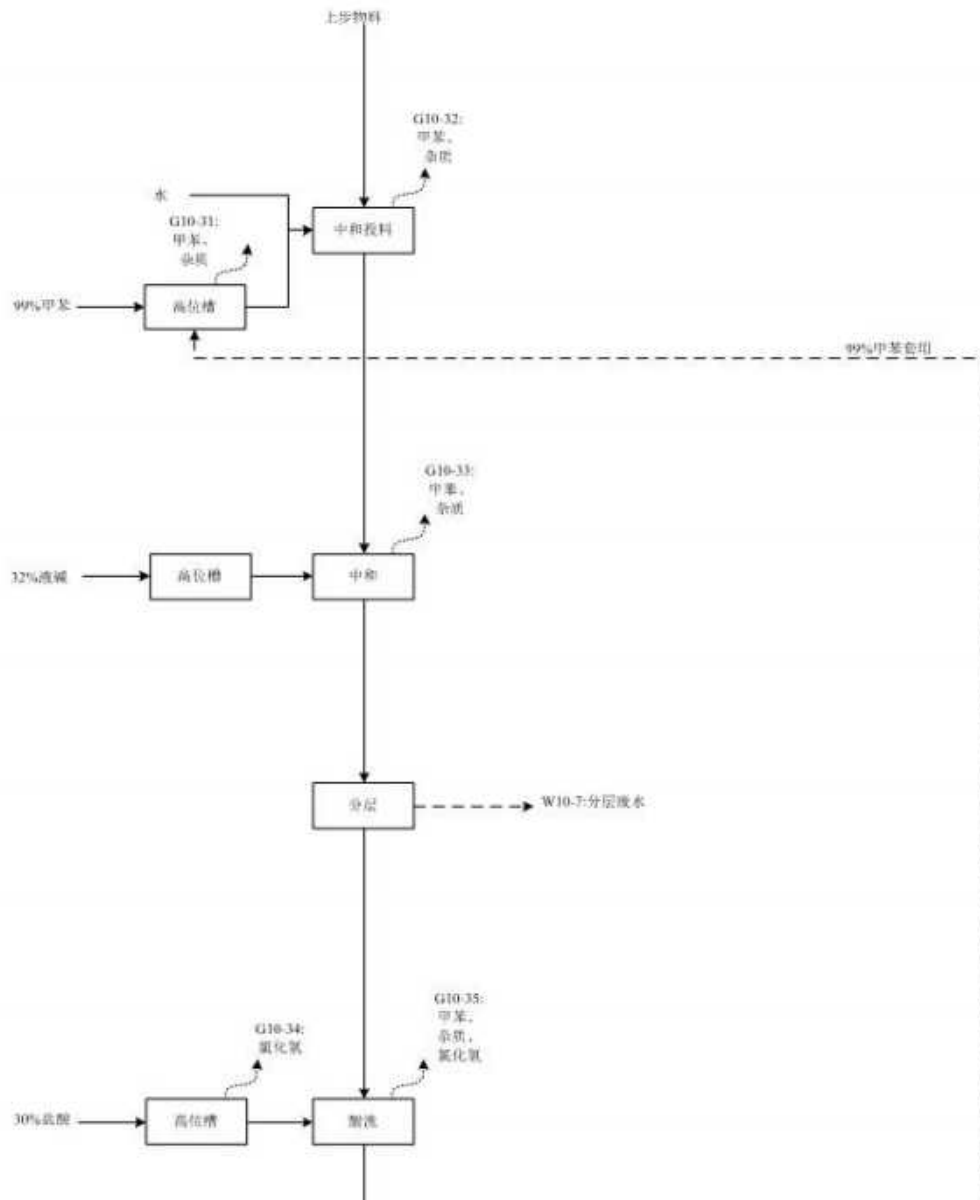
(四)



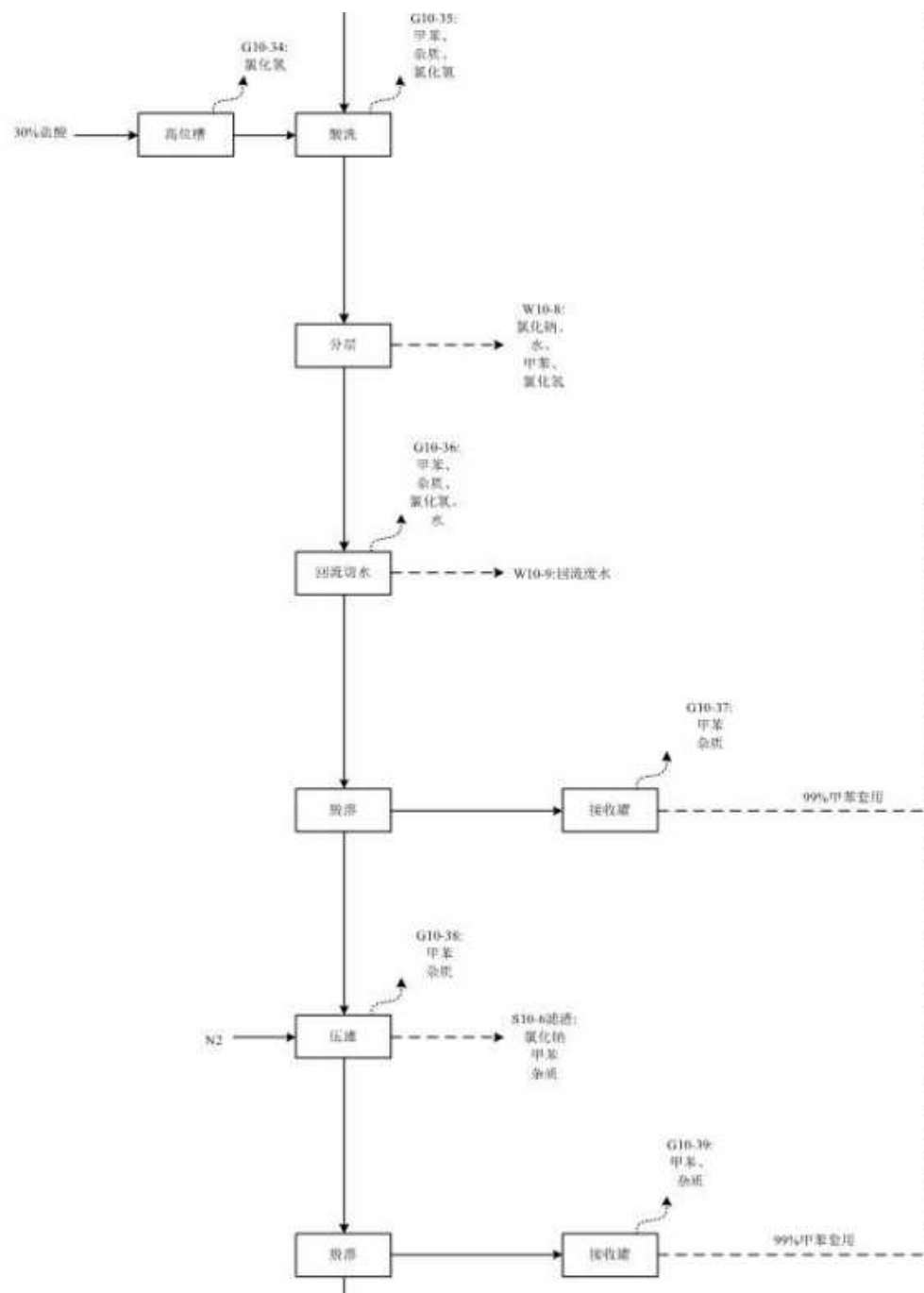
(五)



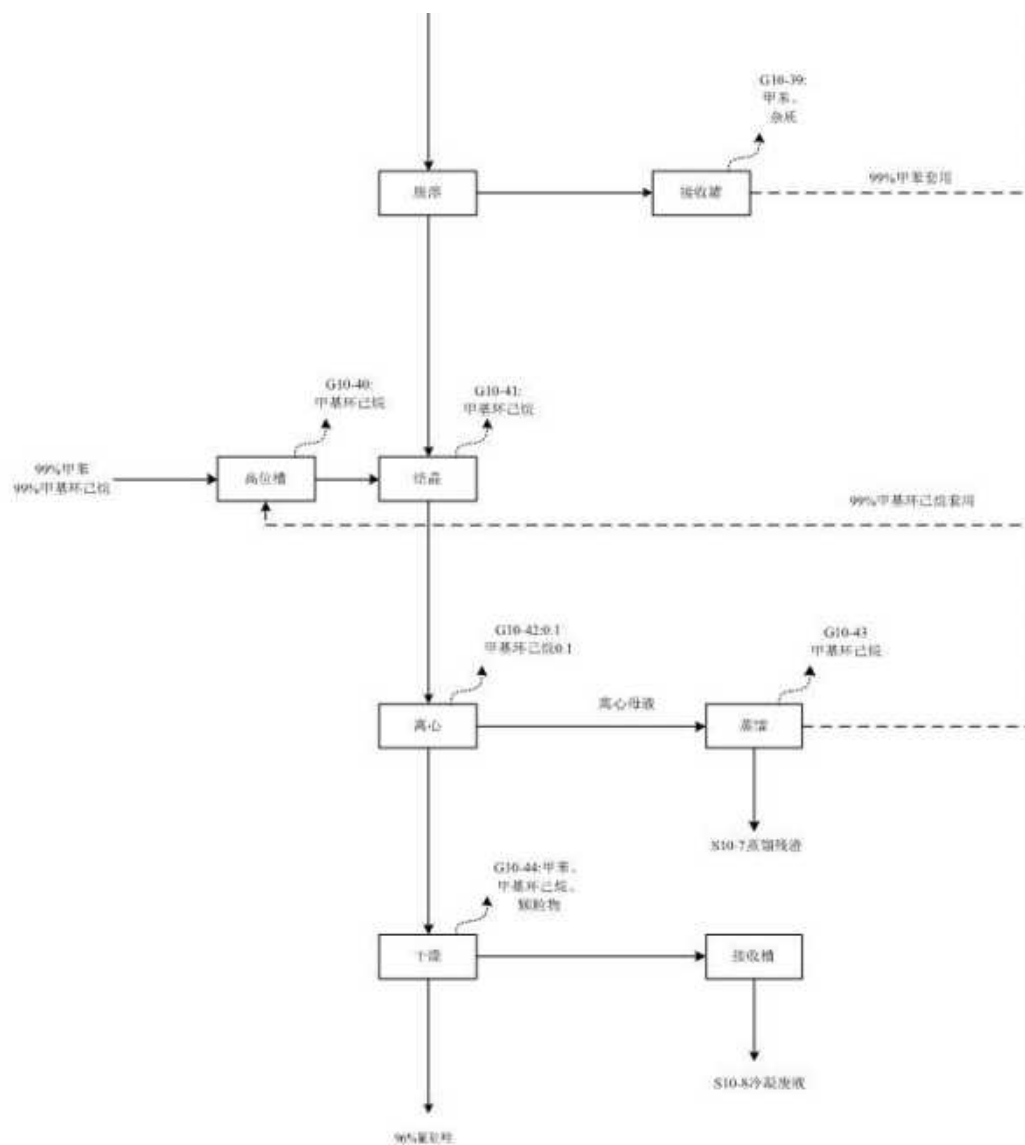
(六)



(七)



(八)



(九)

图 3.17 氟硅唑项目工艺流程及产污环节图

生产工艺流程及产污环节简述:

(1) 中间体制备 (格氏)

格氏试剂制备生产前需执行烘釜流程:干燥前确定反应釜是否清洁待用,将釜上的进料阀、放料阀打开,关闭釜上、下回流阀,打开蒸汽阀门将釜升温烘至100-105℃,保持2小时。氮气保护下,循环水降温至常温备用。

氮气保护下,向格氏剂制备釜(R-5201)中加入定量镁屑、四氢呋喃(来自罐区和桶,经四氢呋喃计量槽(V-5202)加入)、甲苯(来自罐区,经甲苯计量槽(V-5201)加入)、加入少量上批生产的格氏试剂作为引发剂,滴加定量的对氟溴苯(经对氟溴苯计量槽(V-5203)加入),搅拌,调节釜温不超过25℃,引发反应温度控制在25~40℃,引发反应平稳后,开始向釜中滴加对氟溴苯甲苯混合液(定量的甲苯、定量的对氟溴苯泵打入对氟溴苯计量槽(V-5203)配制成对氟溴苯甲苯混合液,经对氟溴苯计量槽(V-5203)加入)、常压下冷冻水降温控制反应温度30-40℃;滴加结束,在34-40℃保温1-2小时,保温结束,得格氏试剂。反应尾气经冷凝器冷凝后入冷凝液接收槽(V-5204)回生产套用。

用氮气将格氏试剂经袋式过滤器(M-5201)(滤除机械杂质,微量镁屑,镁屑过量,确保对氟溴苯反应完全)压入格氏釜(R-5202)中,搅拌加入适量催化剂F-1(氯化亚铜),搅拌调温至23-24℃,向釜中滴加二氯氯甲基甲基硅烷(经二氯氯甲基甲基硅烷计量槽(V-5205)加入),打开冷冻水法阀门控制反应温度24-28℃;滴加结束,在25-28℃以下保温2-3小时,反应尾气经冷凝器冷凝后入冷凝液接收槽(V-5221)回生产套用;保温结束,降温至室温,用氮气将釜中物料压至酸洗釜(R-5203)。

酸洗釜(R-5203)预先用冷冻水降温至15℃以下,然后搅拌加定量酸水(盐酸、水)(经盐酸、水计量槽(V-5206)加入),加酸水结束,关闭冷冻水阀门打开蒸汽阀门调温15~40℃洗涤,然后分去废水层(入废水槽(V-5207/V-5208)去废水处理),有机层用氮气压滤(M-5202),滤液转至脱溶釜(R-5204),滤渣外送处理。

打开蒸汽阀门升温脱溶釜(R-5204),先在常压、正常釜温控制在60~106℃条件下蒸出四氢呋喃、甲苯溶液(入前馏份接收槽(V-5209),去精馏釜(R-5301),然后在-0.06~-0.095MPa、正常釜温控制在90~135℃条件下蒸出甲苯(入后馏份接收槽(V-5302)去生产套用);蒸毕,关闭蒸汽阀门打开循环水阀门降温至50~60℃,加定量甲苯(来自罐区,经甲苯计量槽(V-5211)加入),转至混配釜(R-5205),搅拌,在常压下调温至40-60℃,根据含量补加适量甲苯(来自V-5313)得中间体甲苯液,转

至中间体计量槽（V-5314）。

前馏甲苯精馏：将待精馏的前馏份送至精馏釜（R-5301），打开蒸汽阀门升温，常压下，正常釜温控制在60~130℃，在精馏塔（T-5301）塔顶60~80℃时收集前馏分入前馏罐（V-5303）（主要是四氢呋喃、水去溶剂处理釜（R-5206）），在精馏塔（T-5301）塔顶80~108℃时收集中馏份入中馏罐（V-5304）（转入甲苯中转槽V-5309经吸水塔（T-5302）吸水，水份合格回生产套用），塔顶在108~112℃时，收集馏份为甲苯入甲苯接收罐（V-5305）（回生产套用）；精馏残液作为固废外送处理。

向溶剂处理釜（R-5206）加适量氢氧化钠（片碱），在15-25℃搅拌吸水，水份合格后静置，分去下层碱液（去废水处理），再分上层（四氢呋喃）至溶剂接收槽（V-5214、V-5212）（回生产套用），最后釜中加少量水（经水计量槽（V-5213）加入）打开蒸汽阀门调温至30-40℃条件下清洗，洗液去废水处理。

（2）三唑钠制备工艺（成盐）

向成盐釜（R-5302/ R-5303）中加入定量片碱、水（水计量槽V-5306）、三氮唑、甲苯（来自罐区，经甲苯计量槽（V-5307）加入），常压下，正常打开蒸汽阀门升温控制釜温在90~117℃条件下，回流脱水（入废水槽（V-5223），去废水处理）；脱毕，在-0.06~-0.095MPa、正常釜温控制在80~120℃条件下，蒸出甲苯入甲苯接收槽（V-5312）（回生产套用），蒸毕，釜中加定量甲苯（来自罐区，经甲苯计量槽（V-5308）加入），釜中三唑钠~甲苯液转至缩合釜（R-5304）。

（3）氟硅唑制备（缩合）

向缩合釜中再转入中间体~甲苯液和适量催化剂F-2（四丁基硫酸氢铵），常压下打开蒸汽阀门升温控制温度在85~89℃，保温反应5-7小时，反应结束，转料至水洗釜（R-5305）。

向水洗釜（R-5305）中加定量水（经水计量槽（V-5317）加入）、向釜中加入少量盐酸（来自罐区，经盐酸计量槽（V-5318）加入），调节PH值6-6.5，搅拌，打开蒸汽阀门调温到40-45℃洗涤，然后分去废水层（入废水接收槽（V-5319）去废水处理），有机层在-0.06~0.095MPa、使用蒸汽升温正常釜温控制在70~90℃条件下，蒸出适量甲苯（入甲苯接收槽（V-5312回生产套用），蒸毕，关闭蒸汽阀门打开循环水阀门冷却至40℃，釜中一次性加入定量盐酸（来自罐区，经盐酸计量槽V-5318加入），温度正常控制在40-45℃，于55-60℃保温反应2小时；保温结束，冷却至室温，转料至离心机（M-5301）离心，离心固体为氟硅唑盐酸盐（去碱洗釜）；离心液入离心液地槽（V-5322）

（去中转槽V-5327后转后步母液处理釜（R-5309））。

向碱洗（中和）釜（R-5306）中加定量甲苯（来自罐区，经甲苯计量槽（V-5307）加入）、水（经水计量槽V-5306加入），打开蒸汽阀门加热搅拌调温至40-50℃，加适量液碱（来自罐区，经液碱计量槽（V-5323）加入）调节PH值7-7.5，搅拌保温1小时，静置1小时，然后分去废水层入废水槽（V-5325）（去废水处理），有机层室温下滴加适量盐酸（来自中转槽，经盐酸计量槽（V-5321）加入）调节PH=3-4，搅拌静置，分去水层入废水槽（V-5319）去废水处理，有机层打开蒸汽阀门升温回流切水，正常釜温控制在90~118℃，切水结束后关闭蒸汽阀门打开循环水阀门冷却至60-70℃转至脱溶釜（R-5307）。

打开蒸汽阀门升温脱溶釜（R-5307），在-0.06~-0.095MPa、正常釜温控制在70~100℃条件下蒸出甲苯入甲苯接收槽（V-5320）（回生产套用），脱毕，关闭蒸汽阀门打开循环水阀门将釜中料液搅拌冷却至55~65℃，再加入适量甲苯（来自罐区，经甲苯计量槽（V-5326）加入），放料至压滤机（M-5302）压滤，滤渣集中去固废贮存，委托有资质单位处理，滤液转料至结晶釜（R-5308）。

结晶釜（R-5308），在-0.06~-0.095MPa、打开蒸汽阀门升温，正常釜温控制在80~130℃条件下蒸出甲苯入甲苯接收槽（V-5315），蒸毕关闭蒸汽阀门打开循环水冷却至室温后，加入定量甲苯及甲基环己烷（V-5329加入），搅拌，打开冷冻水阀门降温至10~25℃结晶，转料至离心机（M-5303）离心，离心液入离心液地槽（V-5330）去V-5331离心液中转槽（去母液处理），离心固体送至耙式干燥机使用热水加热（在-0.06~0.09MPa、35-45℃）中烘干得氟硅唑原药，经包装入库。

母液处理：

母液处理釜（R-5309）在-0.06~-0.095MPa、打开蒸汽阀门升温正常釜温控制在80~130℃条件下蒸出溶剂入接收槽（V-5332）（回生产套用）；蒸毕，关闭蒸汽阀门打开循环水阀门釜中料液冷却至50~60℃，釜残作为固废处置。

3.5.11 制剂项目

制剂项目工艺流程及产污环节见图3.18。