

# 滨州市沾化区个体私营企业协会标准

T/GTSY 001—2022

代替 T/GTSY 001—2019

---

## 工业溴蒸馏工艺操作技术规程

2022-05-30 发布

2022-06-01 实施

滨州市沾化区个体私营企业协会 发布

## 前 言

本标准按照GB/T 1.1—2020的规定起草。

本标准自发布之日起，有效期三年，到期复审。

本标准由滨州市沾化区个体私营企业协会提出并起草。

本标准主要起草人：朱伟、张茂彬、李奎亮、周嗣庆、李春鑫、王金胜、边田伟、陈峰、李新光、杨树岐、撒园园。

# 工业溴蒸馏工艺操作技术规程

## 1 范围

本标准规定了工业溴生产中蒸馏工艺的操作步骤和安全。

本标准适用于来自吸收塔和捕沫塔氢溴酸的母液，经蒸馏稀酸换热预热后进入蒸馏塔，蒸馏塔内通入蒸汽加温，塔顶温度 70–85℃，蒸馏塔内通入氯气，反应时间约 1.5min，塔内氢溴酸被氯气氧化成游离溴，经冷却、溴水分离得到产品—工业溴。

## 2 要求

### 2.1 开车前的准备工作

- 2.1.1 备好防护用品和应急救援物资，值班人员必须穿戴劳动防护用品。
- 2.1.2 检查各泵区供电是否到位，电机接线是否正确。
- 2.1.3 启动冷却水泵，缓缓打开所有使用冷却水的设备的供排水阀门，控制冷却水压力不能超过 0.3MPa，以免损坏冷却设备，观察冷却水管路是否畅通。
- 2.1.4 检查蒸馏系统各管道、设备、阀门是否处在安全待用状态。
- 2.1.5 通知供汽岗位供汽、供氯岗位供氯。检查供汽、供氯管道及阀门，确保无泄漏。

### 2.2 开车操作

- 2.2.1 打开氢溴酸泵入口阀，待氢溴酸充满泵体后，启动氢溴酸泵，慢慢打开泵出口阀门，控制氢溴酸进蒸馏塔的上料量在 1m<sup>3</sup>/h 左右，打开塔底氢溴酸阀关闭废酸阀，使塔体经氢溴酸泵和氢溴酸罐形成封闭循环。
  - 2.2.2 检查换热器及其对接管道无渗漏时，慢慢打开蒸汽控制阀门，逐渐升温。对蒸馏塔进行温塔，温塔时速度不能太快，以免损坏塔体，新塔温塔时应对蒸馏塔进行热紧，温塔时间不小于 2 小时，平时温塔可温 1 小时（冬季可适当延长）。
  - 2.2.3 塔温增至 60℃时，慢慢提高氢溴酸流量，加大蒸汽量，并慢慢打开供氯阀门，通过转子流量计控制氯气进塔量（开氯气阀门时严禁一次开大，以防将转子流量计撞破，爆炸伤人）。
  - 2.2.4 待塔顶温度达到 70–80℃时，将氢溴酸流量提到车间要求蒸馏量，同时控制供氯量和蒸汽量，使塔顶温度保持在 70–85℃。打开塔底蒸馏废酸阀关闭完成液阀。
  - 2.2.5 控制加氯量，使蒸馏废液含溴量控制在 0.5kg/m<sup>3</sup>，产品含氯量控制在 0.05%以下。
  - 2.2.6 蒸馏正常时，一二级溴水分离瓶内的溴水呈红色透明，溴与溴水层次分明，如果出现浑浊现象应立即降低蒸汽量或供氯量，以防影响产品质量。如果塔温过高，蒸馏塔顶有明显的吹水现象，否则既是加氯过量。
  - 2.2.7 加氯不足时，蒸馏废液呈黄绿色；若温度过低时，蒸馏废液和蒸馏出气口呈暗红色，应及时加氯或加蒸汽供量。
- ### 2.3 正常停车程序
- 2.3.1 慢慢减少蒸汽加入量，使蒸馏塔温度慢慢下降。

2.3.2 慢慢减少氢溴酸量、氯气量，待塔温降至60℃时，关闭氯气阀门停止氯气供应；同时关闭蒸汽阀门，停止供汽。

2.3.3 当塔温降至40℃以下时停止氢溴酸泵，关闭氢溴酸阀门。

2.3.4 停止冷却水供应。若长时间停车，则停冷却水泵，慢慢排掉冷却水。

#### 2.4 紧急停车

2.4.1 如遇到突然停电或其他故障需紧急停车时，应尽可能快的关闭氯气、蒸汽阀门，通知供汽、供氯岗位停止供汽、供氯。

2.4.2 加强巡检，防止有异常情况发生。短时停电来电后，应尽快恢复冷却水供应。

#### 2.5 故障处理

2.5.1 蒸馏废液含溴量高原因：

a) 加氯量少

b) 蒸馏塔出口温度低

c) 蒸馏塔偏流

处理方法：

a) 增大加氯量

b) 增大蒸汽量

c) 扒塔

2.5.2 回收塔冒红烟原因：

a) 冷却水泵停或冷却水温度高

b) 氢溴酸液在塔内偏流

c) 加氯过多或塔顶温度过高

d) 氢溴酸供料泵停

处理方法：

a) 开启备用泵或加大冷却水量

b) 调整氢溴酸液进塔方向或扒塔

c) 降低加氯量或降低塔顶温度

d) 开启备用泵，查找原因，排除故障

2.5.3 成品含氯过高原因：

a) 蒸馏塔顶温度高

b) 配氯率高

c) 蒸馏操作不稳

d) 酸洗量少

处理方法：

a) 降低蒸馏塔顶温度

b) 降低配氯率

c) 加强操作，使各项进料稳定

d) 增加酸洗量

2.5.4 玻璃冷凝器或管道炸裂原因：

a) 蒸馏出溴口温度太高

b) 室温低

处理方法：

a) 保证蒸馏塔顶温度在80℃以下。

b) 改善环境，加强保温。

2.5.5 溴管道、尾气管道出现结晶堵塞原因：气温低  
处理方法：改善环境，管路保温在10℃以上。

### 3 安全

- 3.1 开车和正常生产时，备好应急器材及药品，安全防护系统完好。
  - 3.2 车间保持空气流畅，车间的电机、照明等电气均应正常运转，禁止带火种进入车间。车间内如需动火，按厂区动火等级划分标准，到相应部门申请办理动火手续。
  - 3.3 车间内存放的灭火器，员工都必须会使用，并有专人负责维护保养，车间内的消防器材不得挪作他用。
  - 3.4 员工必须遵守厂内的各种规章制度，杜绝习惯性违章。劳保用品要穿戴齐全，否则不准上岗。
  - 3.5 车间根据自身工艺特点及可能出现的重大事故，制定出相应的应急预案，并定期组织演练。
-