

Стадия Осихлорирования

Оксихлорирование

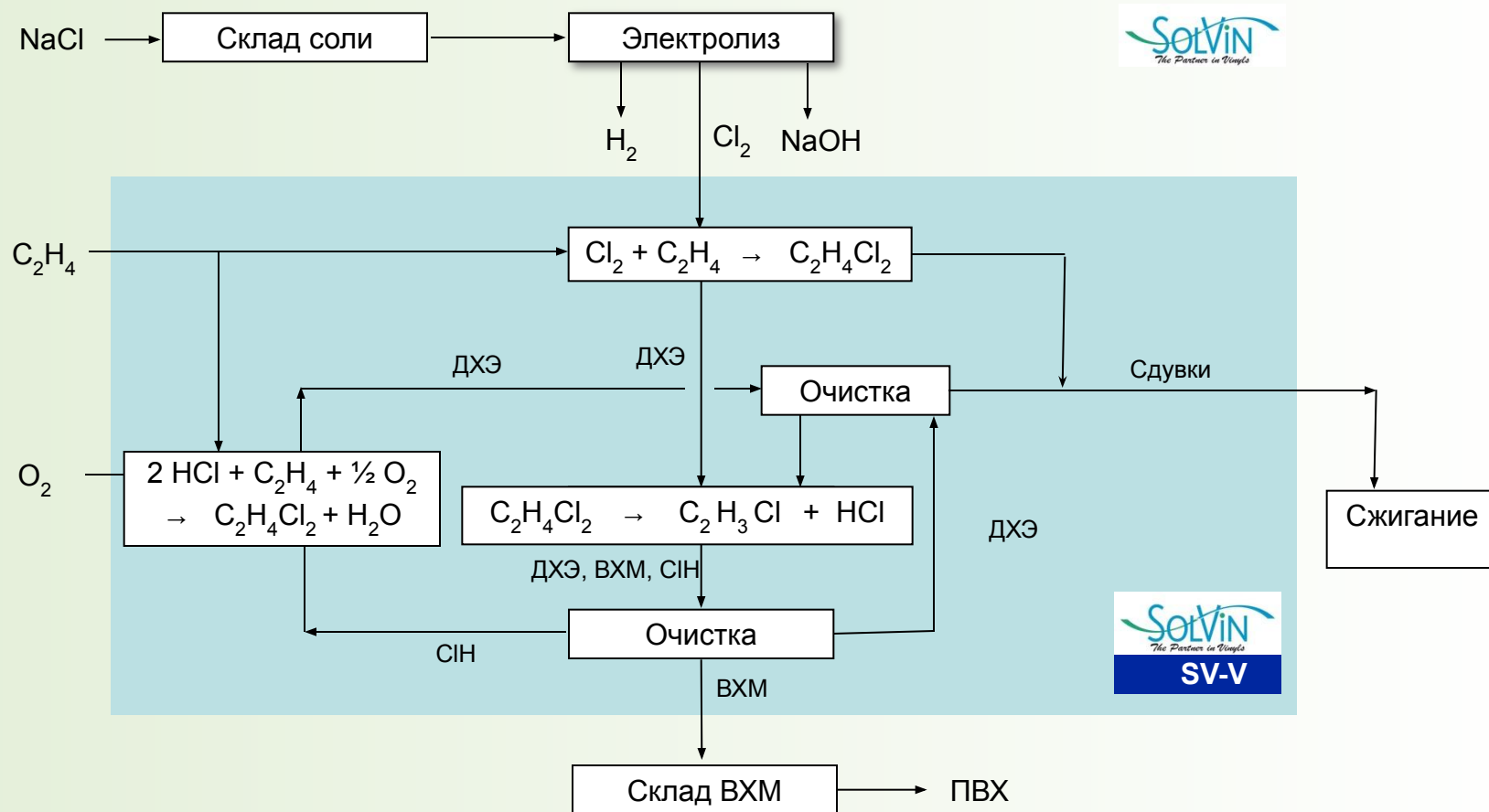


- Основное представление
 - Основные реакции
 - Наименование оборудования
- Катализатор
- Гидрирование ацетилена (усовершенствование)
- Подогрев
- Реактор
- Нейтрализация
- Конденсация/Разделение
- Система возврата газовой системы
- Общее представление контроля процесса + Оптимизация
- Безопасность



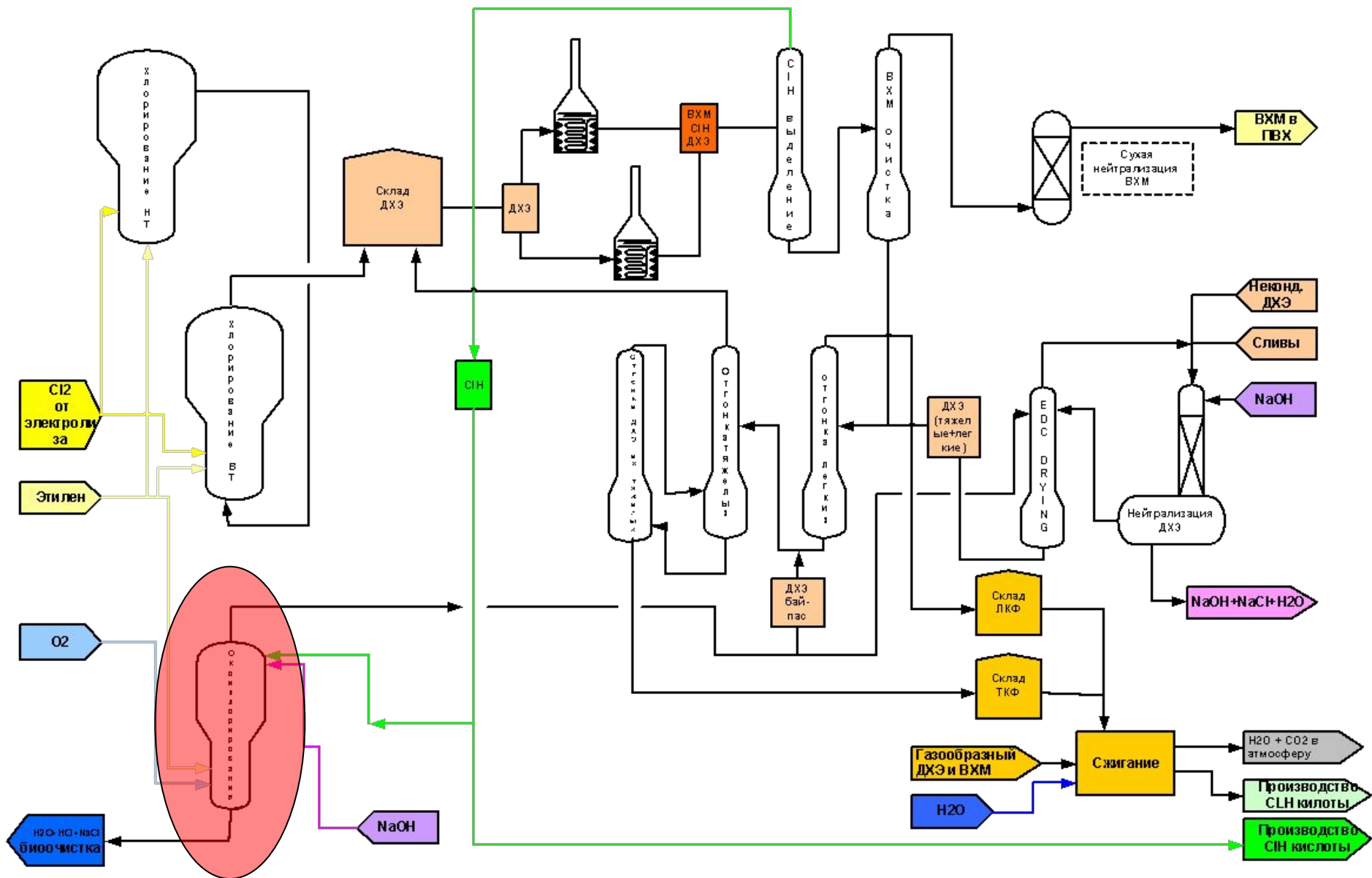
Основные представления об Оксихлорировании

Основы Оксихлорирования



Кстово – Схема потоков

ноябрь 2012



Основы Оксихлорирования



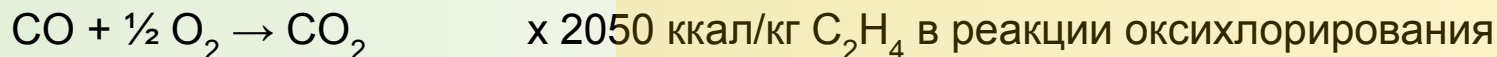
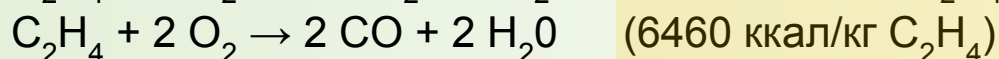
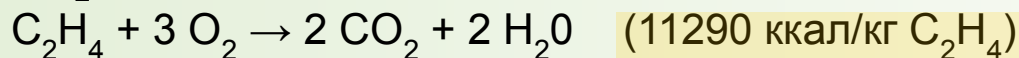
- **Оксихлорирование** – это процесс **хлорирования органических соединений** в присутствии **кислорода**
- Реакция: $2 \text{HCl} + \text{C}_2\text{H}_4 + \frac{1}{2} \text{O}_2 \rightarrow \text{C}_2\text{H}_4\text{Cl}_2 + \text{H}_2\text{O}$
- Газовые реагенты и продукты
- $T = 240 - 270^\circ\text{C}$, $P = 4,5 - 6,3$ бар
- Экзотермическая реакция – выделившееся тепло должно быть использовано (+242 кДж/моль)
- Применение катализатора

Основы Оксихлорирования



■ Побочные продукты:

- CO₂, CO (горение этилена)



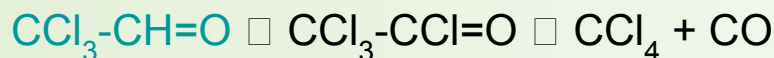
- Хлораль



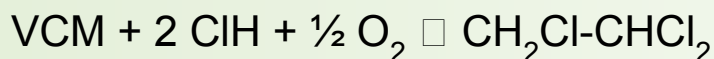
- Хлороформ (CLM3)



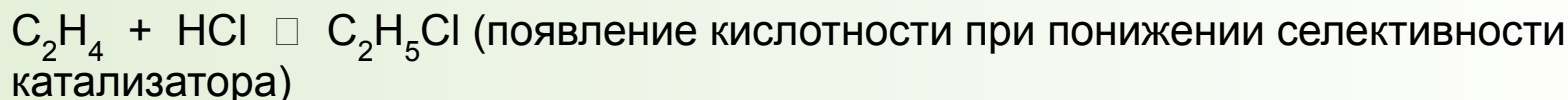
- Тетрахлорметан (CLM4)



- 1,1,2-трихлорэтанtrichlorethane (TCEa)



- Этилхлорид



Основы оксихлорирования



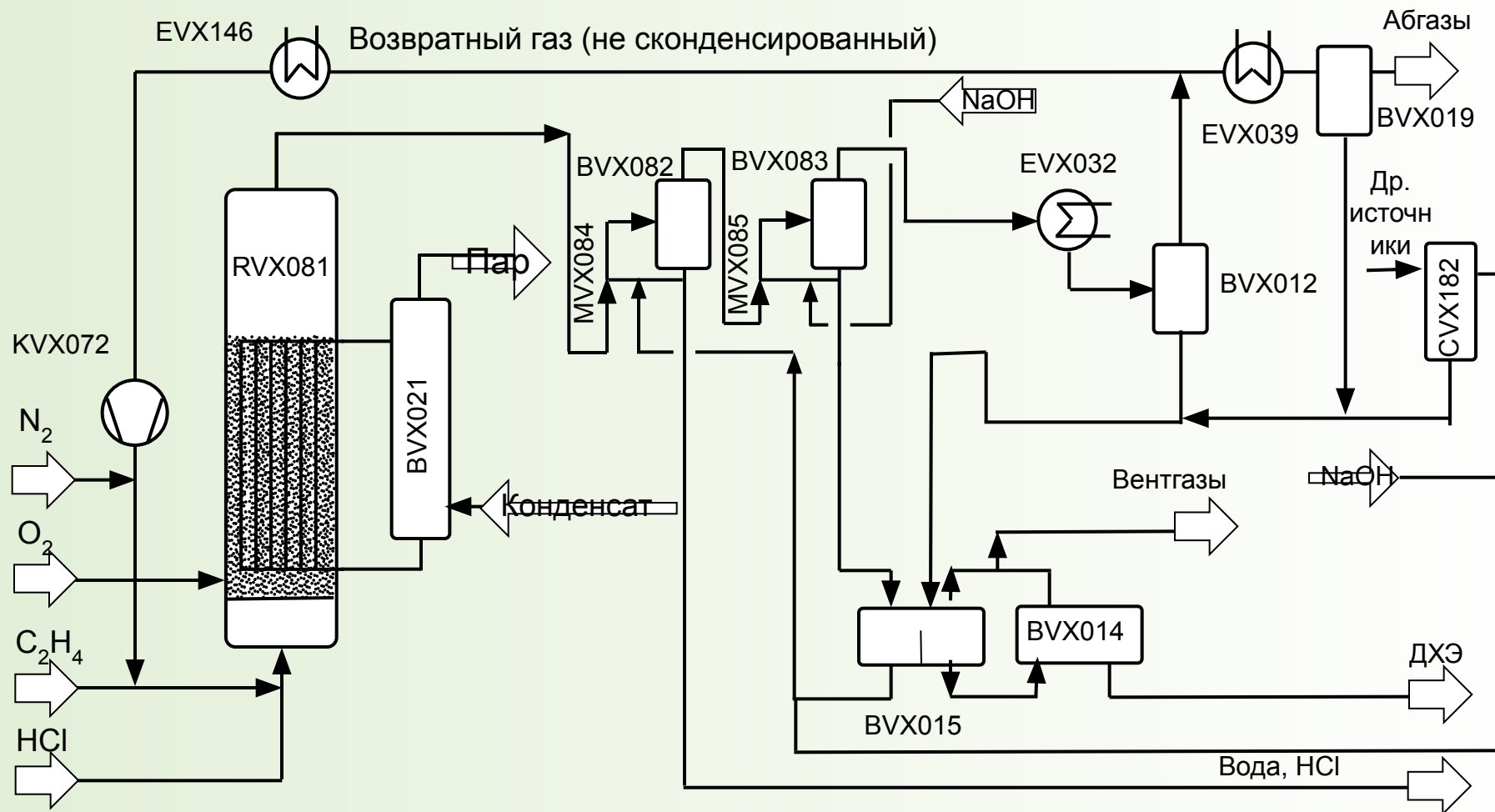
- Конверсия по хлористому водороду

- Конверсия =
$$\frac{\text{Массовый поток прореагировавшего ClH}}{\text{Общий массовый поток ClH в реактор}}$$

- Конверсия ClH в 1,2-ДХЭ (селективность)

- Конверсия в 1,2-ДХЭ =
$$\frac{\text{Массовый поток ClH прореагировавшего в ДХЭ}}{\text{Общий массовый поток ClH в реактор}}$$

Основы оксихлорирования



Основы оксихлорирования



Оборудование

- Катализатор:
 - Vessels BVX011, X21
 - Эжектор 291
 - Прямоок катализатора GVX391

- Подогрев и реактор:
 - Подогреватель CLH EVX043, EVX044
 - Смеситель MVX086
 - Реактор RVX081
 - Циклоны SVX091A/B, SVX191A/B
 - Подогреватель кислорода EVX045
 - Фильтры на трубопроводе подачи кислорода и азота SVX095 SVX195
 - Подогреватель рециклового газа и этилена EVX041, EVX042
 - Эжектор пара высокого давления JVX181 и насоса конденсата PVX051
 - Сборник конденсата BVX021
 - Подогреватель рециклового газа на продувку штуцеров EVX046

Основы оксихлорирования



Оборудование

- Закалка (квенч):
 - Эжектор MVX084, MVX085
 - Скрубберы BVX082, BVX083

- Condensation & Separation:
 - Конденсатор EVX032
 - Сепаратор BVX012
 - Скруббер CVX182
 - Декантатор BVX015
 - Сборник ДХЭ BVX014

Основы оксихлорирования



Оборудование

- Система рециклового газа:
 - Компрессор KVX072
 - Подогреватели EVX146, EVX041, EVX042
 - Сепаратор BVX022

- Вентиляционные газы:
 - Блокирующий конденсатор EVX039
 - Сепаратор BVX019
 - Свеча сброса вентиляционных газов DVX093



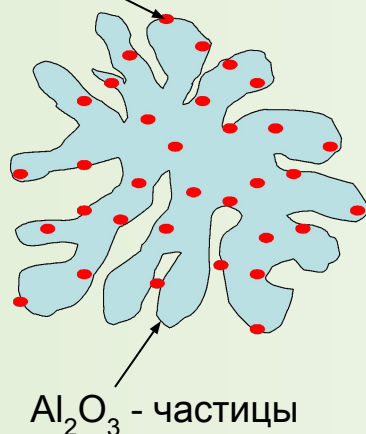
Катализатор

Катализатор

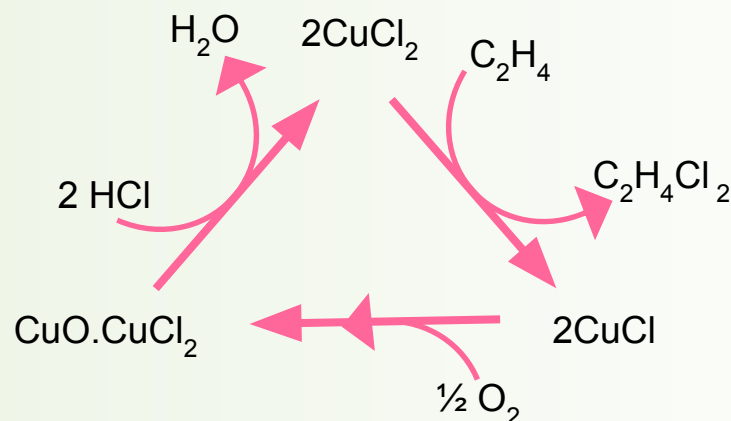


■ Форма катализатора

CuCl_2 (MgCl_2 , KCl , LiCl)



Цикл катализатора



Возможное
слипание
катализато
ра в этих
состояниях

Катализатор выполнен в виде губки, с нанесенной на нее медью. Постоянный избыток C_2H_4 и, еще важнее, O_2 позволяет катализатору совершать полный цикл. Недостаток O_2 (или C_2H_4) будет блокировать цикл: большие количества CuCl_2 и CuCl приведут к слипанию катализатора. В слипшемся состоянии медь меняет свою форму - от твердого до жидкого состояния и ведет себя как гель.

Катализатор



■ Форма катализатора

Роль каждого компонента катализатора в реакции:

- CuCl_2 – хлорирующий агент, который впоследствии регенерируется (цикл катализатора);
- MgCl_2 – уменьшает активность и исключает слипание и унос CuCl_2 ;
- LiCl и KCl – исключает горение исходных веществ и продукта.

Катализатор



■ Свойства катализатора:

- Средний размер частицы 40-50 μm
 - Негативно оказывает влияние на здоровье человека:
 - оказывает раздражающее влияние на дыхательные пути (необходимо использовать противогаз соответствующей марки);
 - оказывает раздражающее влияние на кожу (кожные покровы должны быть защищены от воздействия катализатора).
 - Катализатор имеет тенденцию к слипанию в следующих случаях:
 - при недостаточном ожижении слоя катализатора (флюадизации);
 - при недостатке кислорода;
 - при недостатке этилена
 - Причины слипания катализатора:
 - загрязнение трубного пучка при длительной эксплуатации => производительность реактора уменьшается со временем
 - низкое взаимодействие реакционного газа и катализатора => низкая конверсия
- Слипание катализатора может привести к его полной замене (стоимость одной загрузки составляет 160÷180 к€ - данные для г.Райнберг (Германия))

Катализатор

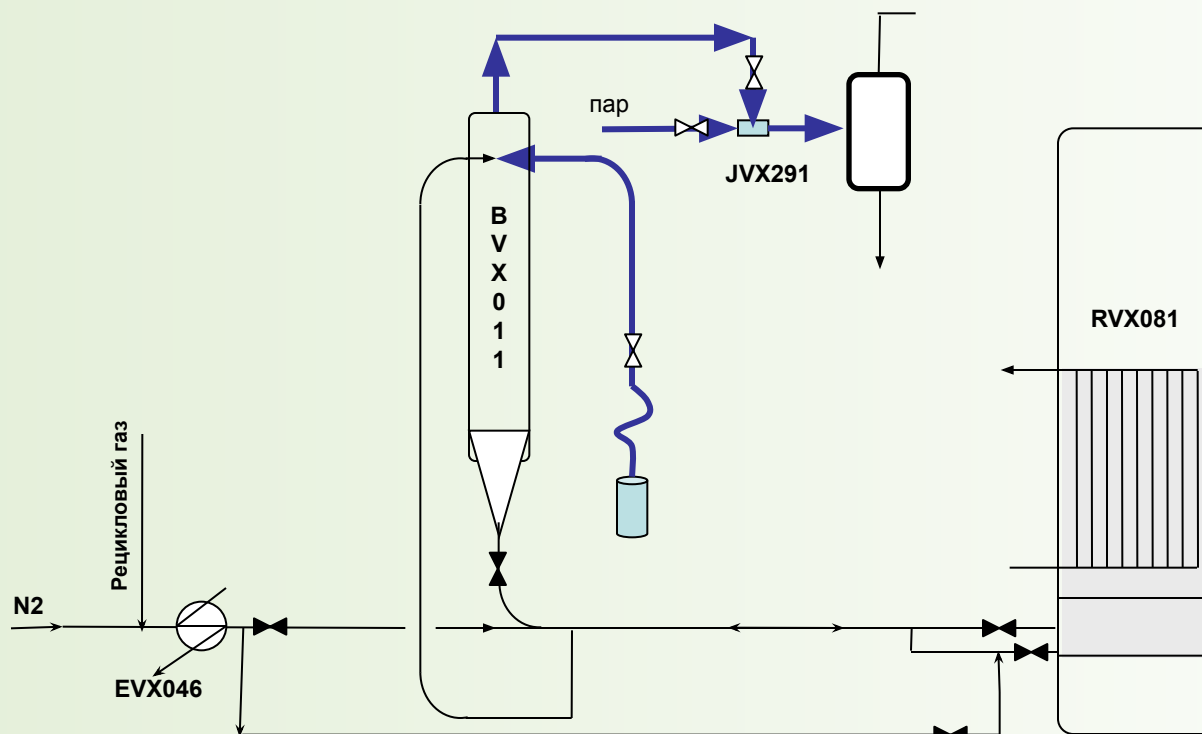


Загрязнение трубного пучка реактора

Катализатор



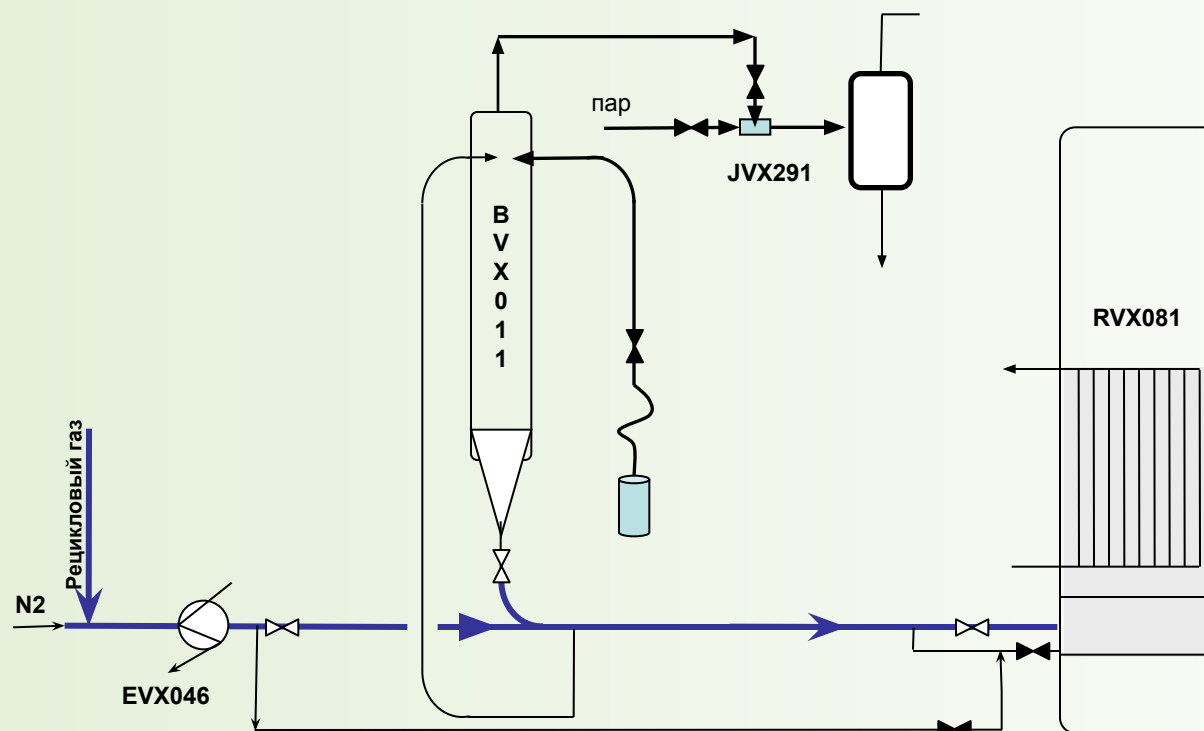
Загрузка катализатора из хранилища



Катализатор



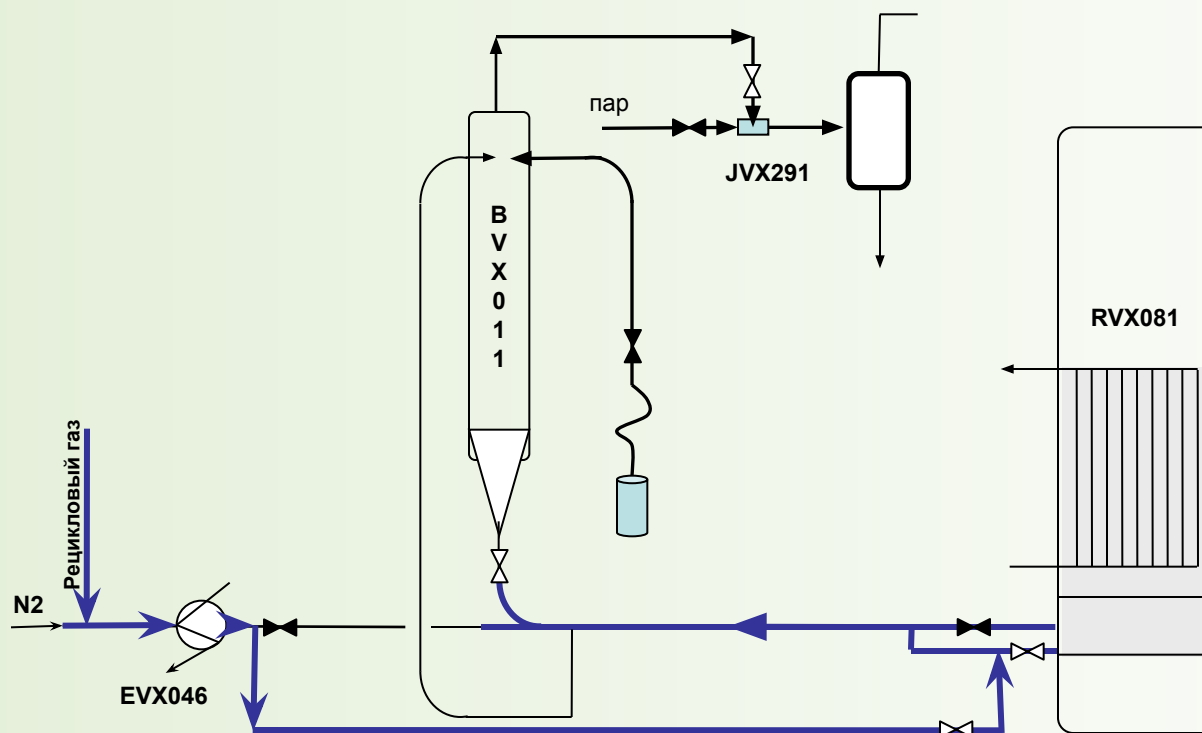
Загрузка катализатора в реактор



Катализатор



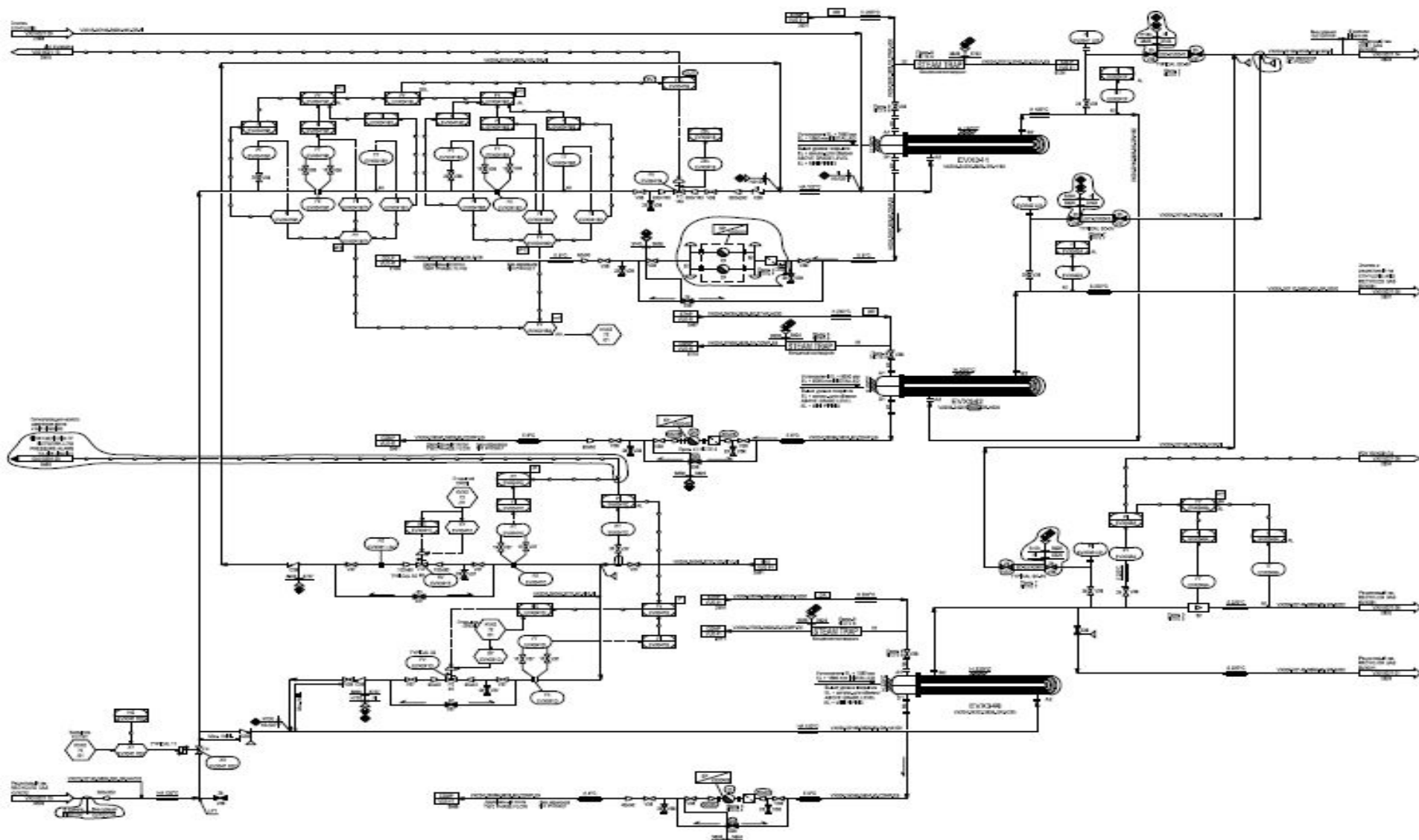
Выгрузка катализатора из реактора





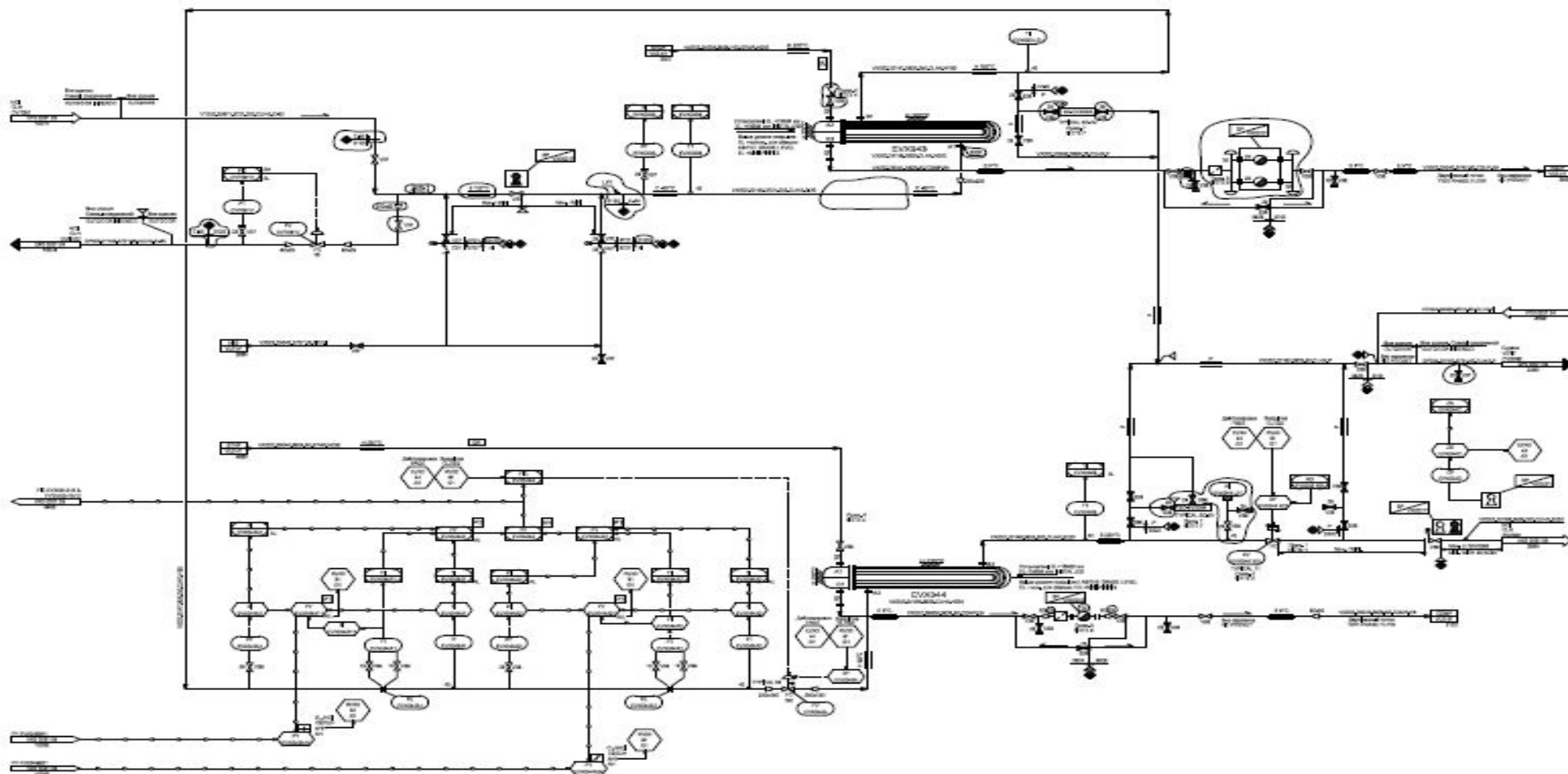
Предварительный подогрев

Предварительный подогрев



Предварительный подогрев

Oxychlorination



SOLVAY

SOLVIN®
The Partner in Vinyls

Предварительный подогрев



■ Кислород

- Кислород доставляется по трубопроводу от ООО «Air-Liquid» в слой катализатора реактора RVX081. Он проходит через фильтр SVX095 затем через расходомер и, в конце этого, подогревается в теплообменнике EVX045 выше 200°C паром давлением 30 бар.
- До теплообменника EVX045 постоянно подается небольшое количество N_2 (Ø 25 мм) в трубопровод O_2 , для разбавления CO и CO_2 в абгазах после BVX012. Регулировка расхода азота осуществляется регулирующим клапаном.
- Для исключения обратного потока катализатора в случае аварийной остановки реактора подача N_2 в трубопровод O_2 (Ø 50 мм) осуществляется через расходную шайбу.
- Для очистки N_2 применяется фильтр SVX195.

Внимание!!! Чистый O_2 требует абсолютно чистое оборудование и соответствующие материалы.

Предварительный подогрев



■ СІН

- СІН поступает сектора пиролиза (после очистки). Он содержит около $2000 \div 2500$ ppm ацетилена. Для избежания побочных продуктов в реакторе оксихлорирования, ацетилен конвертируется в этилен при гидрировании ацетилена в реакторе (будущая установка). СІН подогревается до $130-190^{\circ}\text{C}$ перед смешением с H_2 и подается в реактор гидрирования. В настоящее при отсутствии реактора гидрирования ацетилен, содержащийся в СІН может трансформироваться в кокс при помощи катализатора.
- СІН перед реактором оксихлорирования подогревается сначала в теплообменнике EVX043 паром 13 бар, а затем до 200°C в теплообменнике паром 30 бар в подогревателе EVX044.
- При остановке стадии и прекращении подачи СІН необходимо произвести подача азота в трубопровод с отводом на деструкцию.

Предварительный подогрев



■ C_2H_4

- Производится подогрев в два этапа до 140-150 °C в 2 этапа:
 - 1-й этап: в теплообменнике EVX041 паром 13 бар
 - 2-й этап: в теплообменнике EVX042 паром 30 бар
- При остановке стадии происходит подача азота для продувки трубопровода на факел.



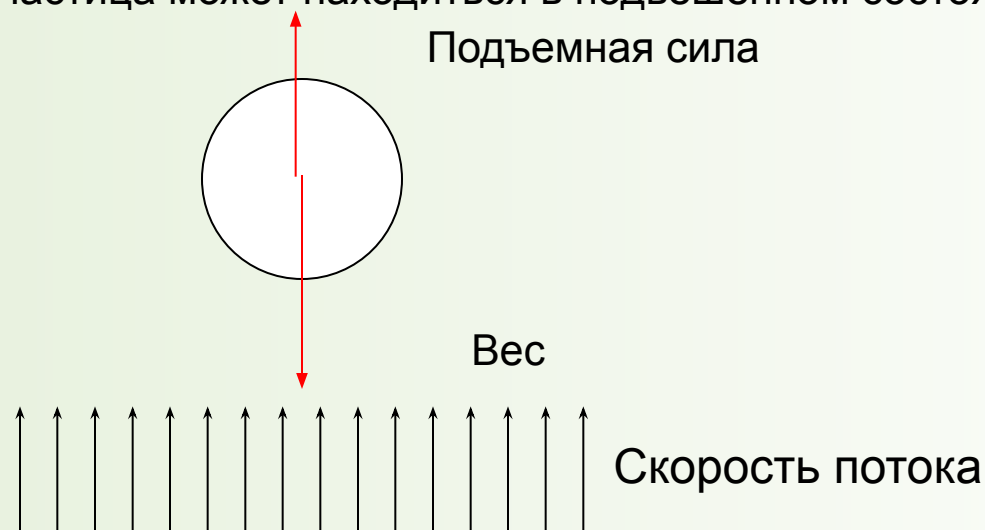
Реактор

Псевдооживленный слой



■ Одна частица

- Подъемная сила, действующая на одну частицу зависит от скорости потока и ее размера
- Сила притяжения - зависит от веса частицы
- При условии, что подъемная сила, действующая на одну частицу, равна силе притяжения, частица может находиться в подвешенном состоянии

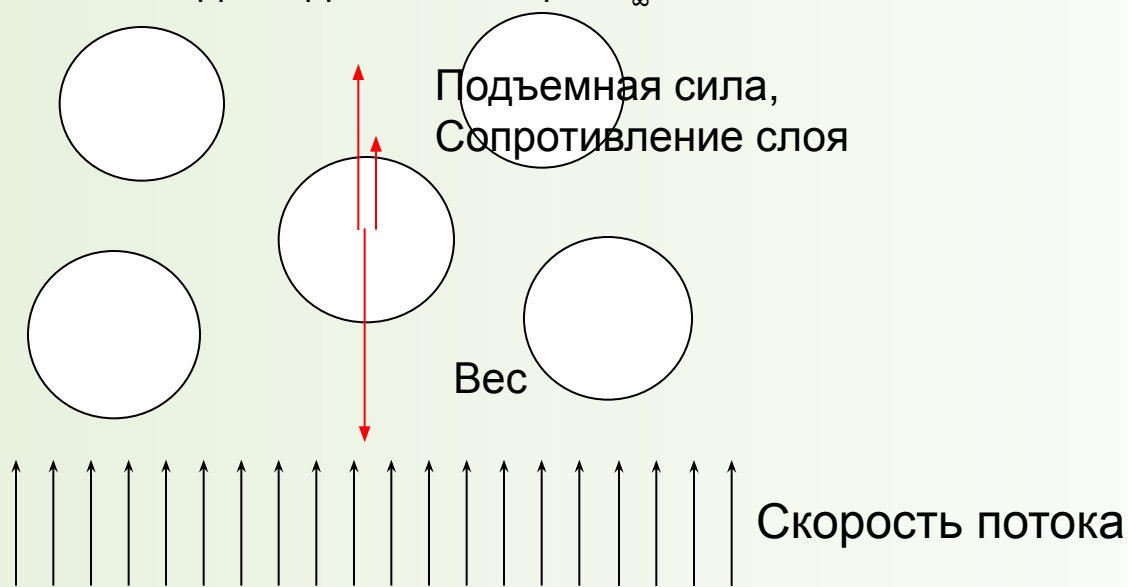


Псевдооживленный слой



■ Множество частиц

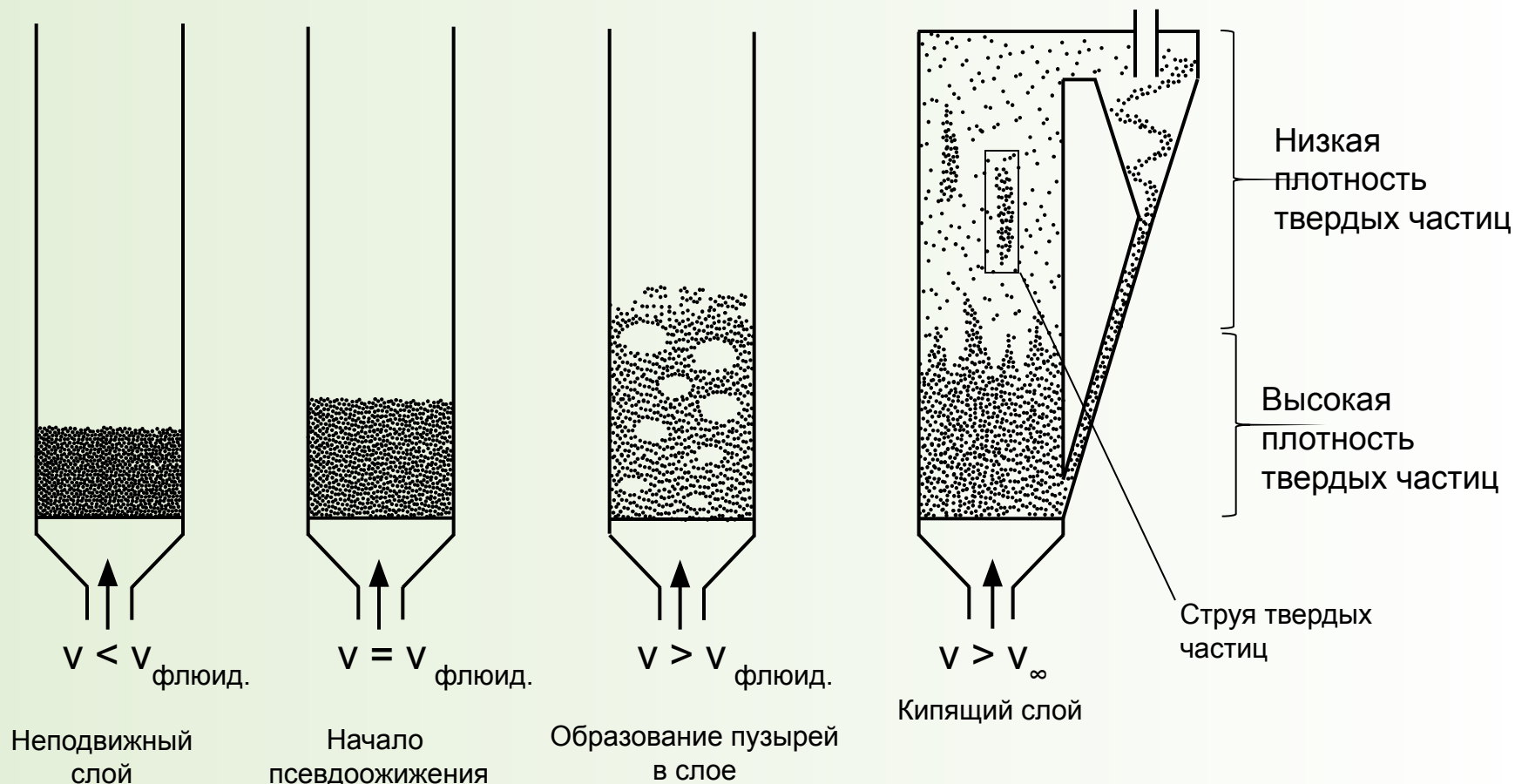
- При большом количестве частиц подъемная сила для них будет зависеть не только от размера каждой частицы, но и от их плотности по отношению друг к другу – сопротивления слоя
- Для такой модели необходимая скорость потока для подъема частиц будет ниже, чем скорость потока для одной частицы v_{∞}



Псевдоожигженный слой



■ Псевдоожигженный слой



Псевдоожигенный слой

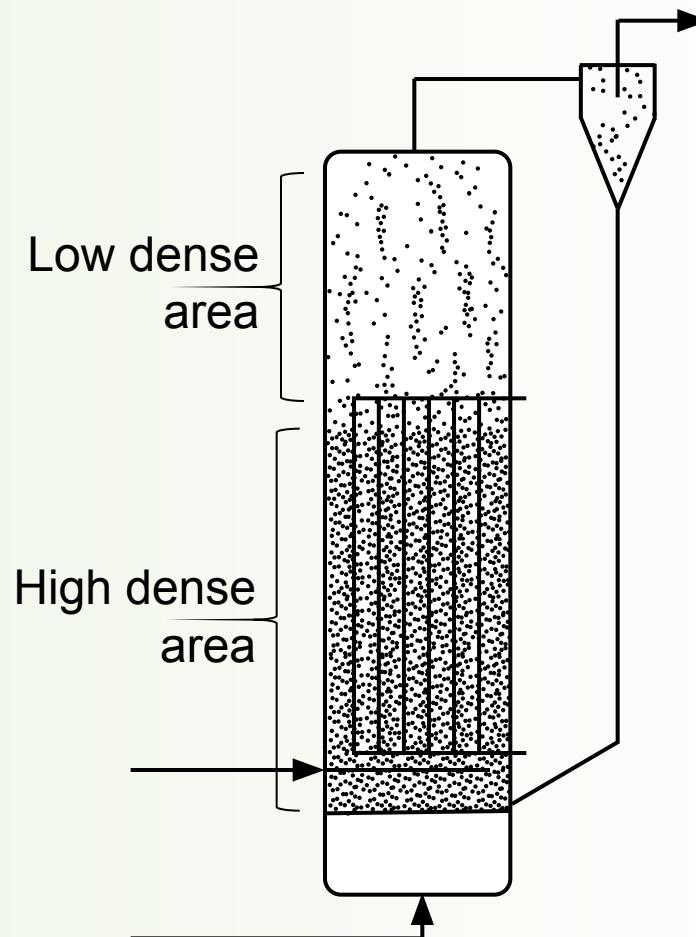


- Псевдоожигенный слой (флюидизация)
 - При скорости потока выше скорости флюидизации, образуется кипящий (ожигенный) слой из твердых частиц, который ведет себя как жидкость
 - Псевдоожигенный слой в основном неомогенный (неравномерное распределение частиц в слое, образование воздушных пузырей)
 - При скорости потока выше скорости флюидизации перепад давления на псевдоожигенном слое больше не зависит от скорости потока, а зависит от веса частиц (т.е. вес слоя может быть определен по перепаду давления)
 - При скорости потока выше скорости флюидизации улучшается теплопередача от частицы к стенке трубного пучка реактора (равномерное распределение температуры в кипящем слое)

Псевдоожиженный слой

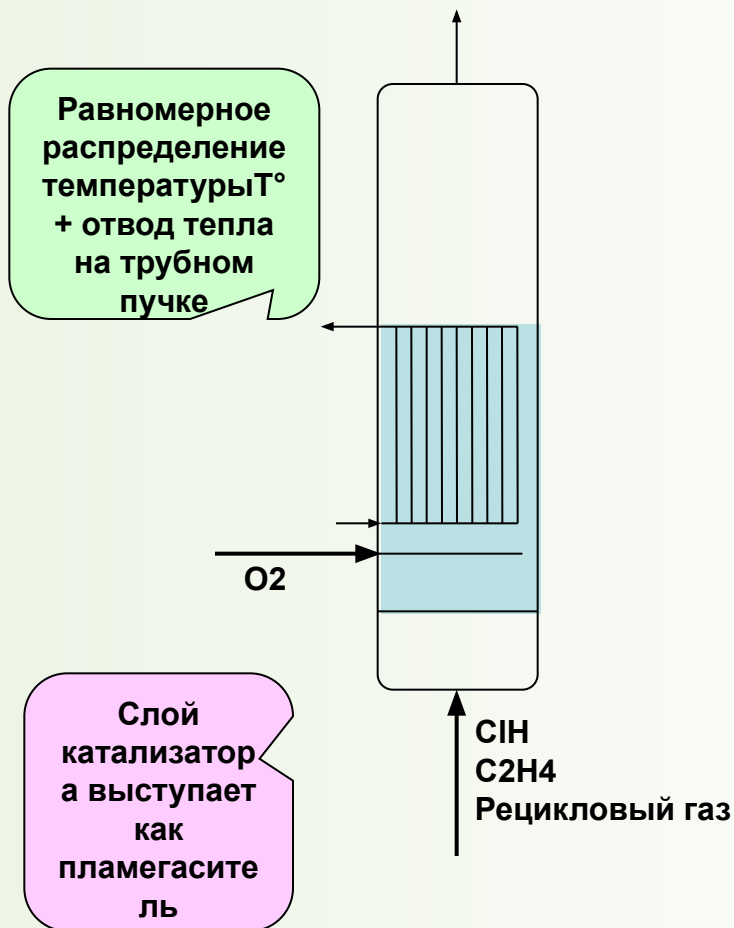
- Псевдоожиженный слой реактора RVX081

Реактор заполнен катализатором на высоту 7м (данные завода в Райнберге). Реакционные газы поддерживают большое количество катализатора в виде оживенного слоя над решеткой реактора. Возврат катализатора в реактор осуществляется благодаря циклонам SVX091A/S, SVX191A/S.



Псевдоожигенный слой

Маленькие частицы катализатора (средний размер ~ 50 микрон) ведут себя как турбулентная жидкость. Температура в слое катализатора распределяется равномерно, что позволяет улучшить отвод тепла на трубном пучке.



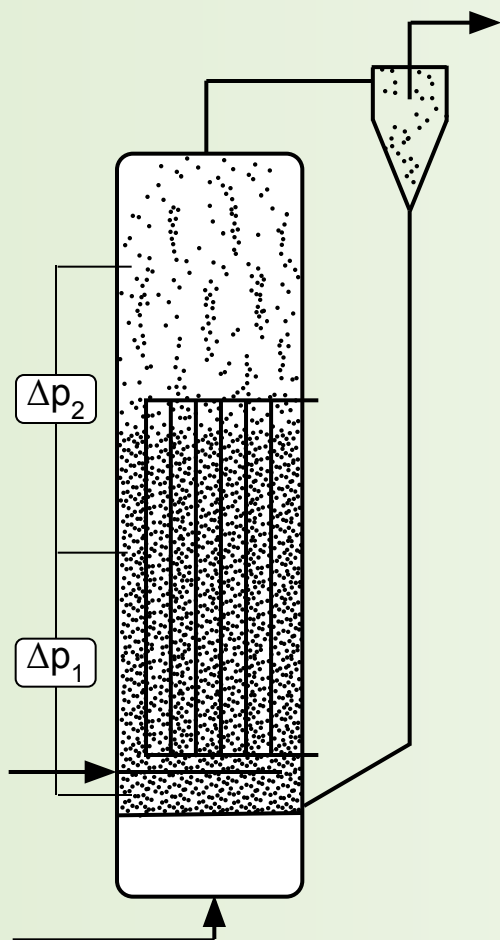
Реактор



■ Входящие потоки в реактор:

- ClH смешивается с C_2H_4 и рецикловым газом непосредственно перед входом в реактор. Статический миксер (смеситель) гарантирует хорошее смешивание исходных веществ.
- ClH , C_2H_4 и рецикловый газ подаются ниже решетки и слоя катализатора. Решетка позволяет лучше распределить реагенты.
- O_2 подается через распределительное устройство выше решетки непосредственно в слой катализатора. В результате подачи всех реагентов образуется взрывоопасная смесь, которая не представляет опасности, т.к. слой катализатора выполняет функцию пламегасителя.
- Управление стадией оксихлорирования осуществляется по минимальному содержанию O_2 в рецикловом газе (при норм работе 1.5 % об., остановка стадии - 3 % об.) для избежания образования взрывоопасной смеси.

Уровень катализатора (Rheinberg)



$$\Delta p * A_{\text{сл.кат.}} = m_{\text{кат.}} * g$$

1. Масса катализатора $m_{\text{кат.}} = \Delta p * A_{\text{сл.кат.}} / g$

где $A_{\text{сл.кат.}}$ – площадь псевдоожиженного слоя катализатора

Δp – общий перепад давления на псевдоожиженном слое катализатора

2. Плотность катализатора

$$\rho = m_{\text{кат.}} / V_{\text{сл.кат.}} = \Delta p_1 / (g * H_{\text{сл.кат.,1}})$$

где $H_{\text{сл.кат.,1}}$ – высота псевдоожиженного слоя катализатора на 1-м участке замера

Δp_1 – перепад давления на псевдоожиженном слое катализатора на 1-м участке

$V_{\text{сл.кат.}}$ – объем катализатора в реакторе

3. Высота слоя катализатора

$$H_{\text{сл.кат.}} = \Delta p_2 / (g * \rho) + H_{\text{сл.кат.,1}}$$

где g – ускорение свободного падения равное $9,8 \text{ м/с}^2$.

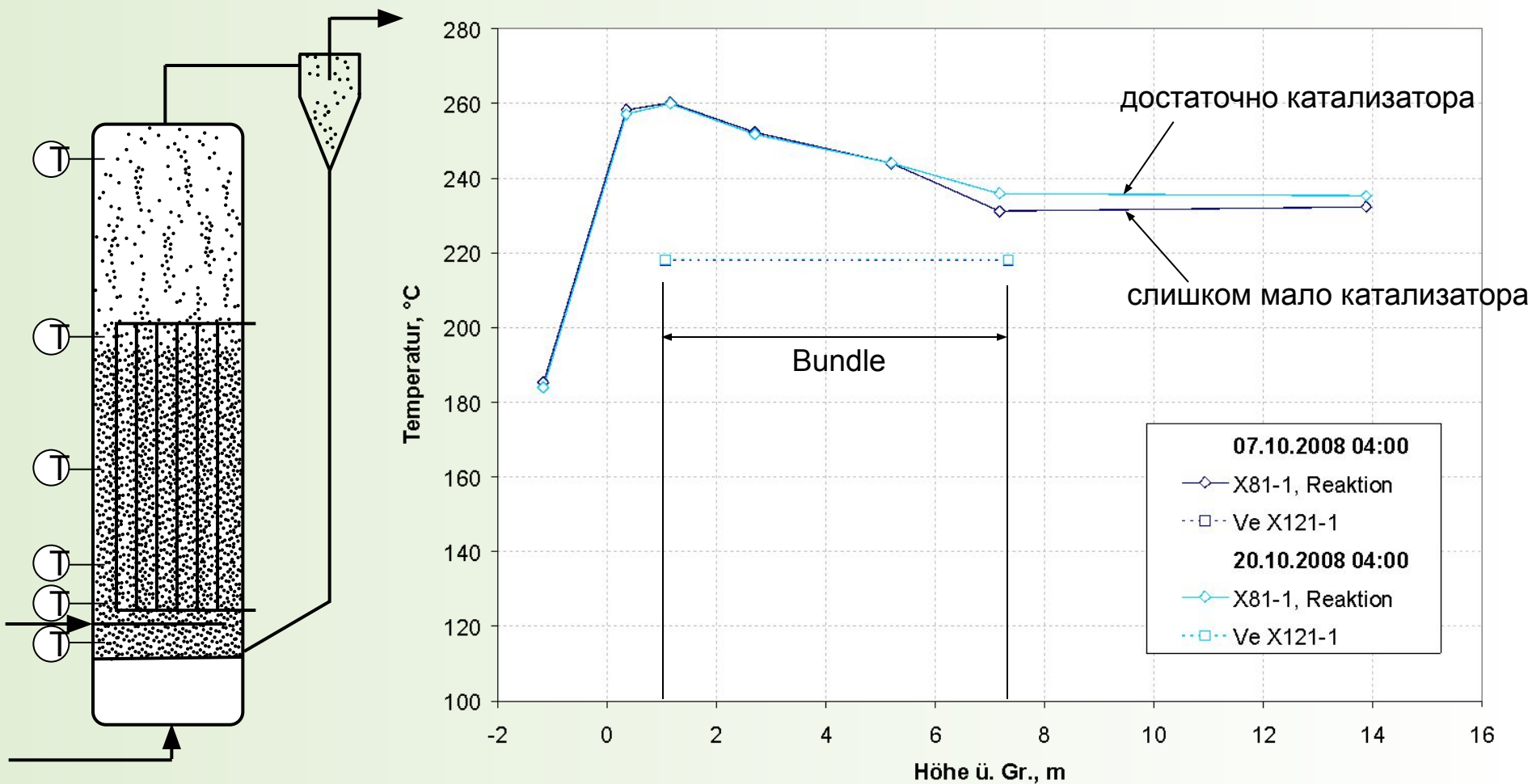
Уровень катализатора



- Реактор следует всегда держать заполненным катализатором чуть выше верхней части трубного пучка
 - Уровень катализатора выше верхнего уровня трубной решетки → тепло реакции полностью не отводится
 - Уровень катализатора ниже верхнего уровня трубной решетки → уменьшение времени пребывания может быть компенсировано высокой температурой реакции (увеличение образования побочных продуктов)
 - Проблемы: уровень катализатора колеблется вне зависимости от давления и расхода HCL (график зависимости давления в реакторе от расхода HCL)

- Соотношение уровня катализатора с температурным профилем
 - $T_{\text{тр.пучок, верх}} > T_{\text{верх RVX081}}$: уровень катализатора оптимальный
 - $T_{\text{тр.пучок, верх}} < T_{\text{верх RVX081}}$: низкий уровень катализатора

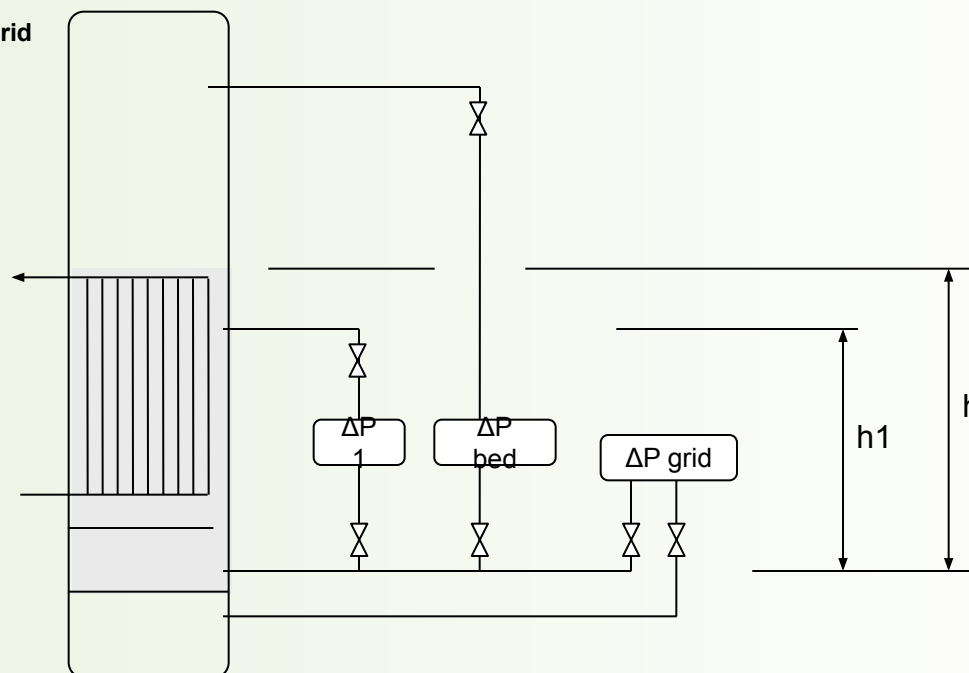
Уровень катализатора



Уровень катализатора (Russia)



Перепад давления на решетке: Δp_{grid}
 Высота псевдооживленного слоя катализатора : h
 Плотность псевдооживленного слоя : ρ_{cata}



Плотность катализатора $\rho_{\text{cata}} = \Delta P1 / (h1 \times g)$

Уровень катализатора $h = h1 \times \Delta P_{\text{bed}} / \Delta P1$

Перепад давления на решетке

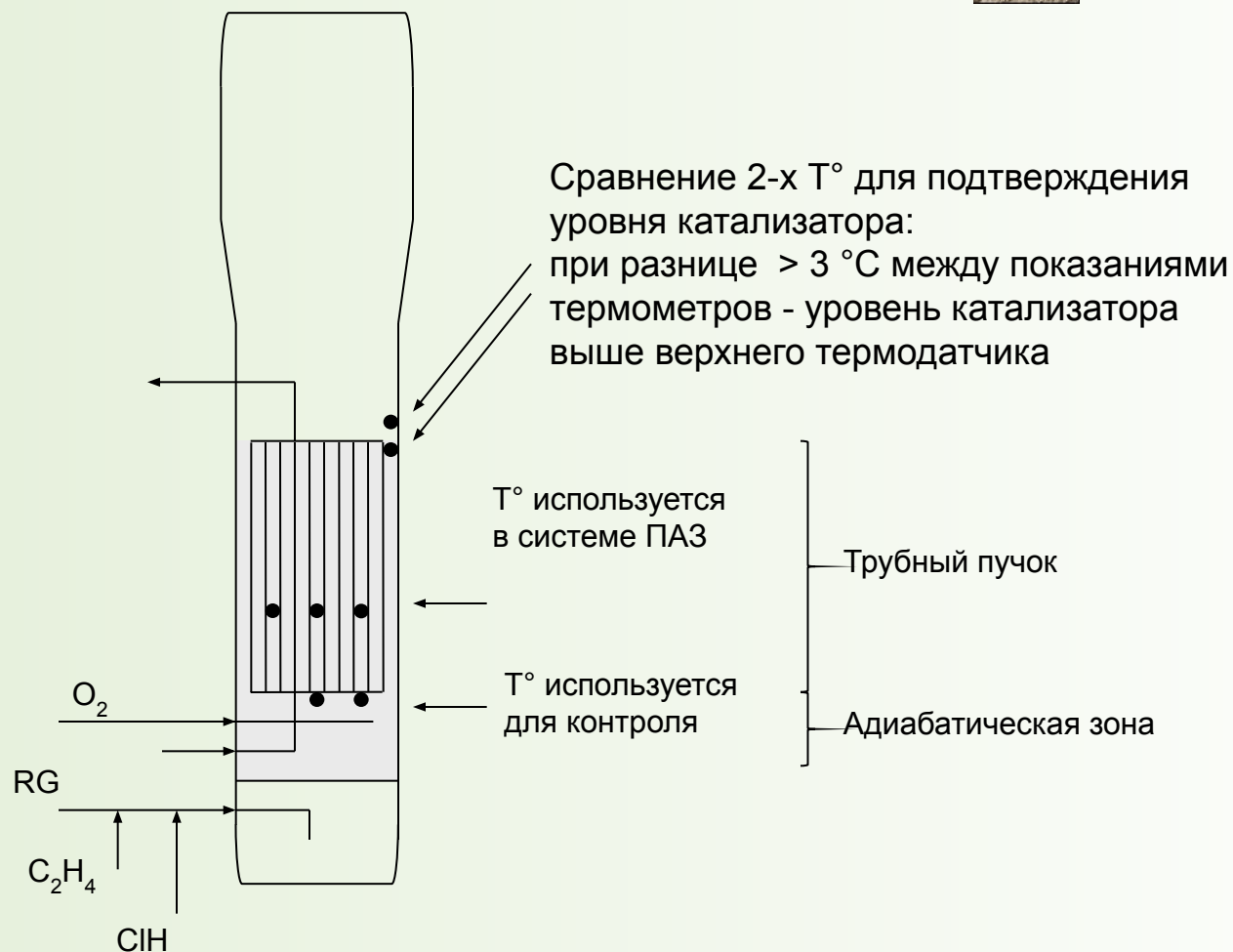


- Перепад давления на решетке и скорость потока при прохождении через отверстия решетки практически не зависят от нагрузки на реактор:

$$\Delta P_{\text{grid}} = \rho_{\text{gas}} \cdot (V/C)^2,$$

- V – скорость потока через отверстия (решетка рассчитывается для скорости 26 м/с)
 - ρ_{gas} – плотность газа ниже решетки (линейная функция давления)
 - C – коэффициент для отверстия
 - ΔP_{grid} – перепад давления для решетки.
- Высокий перепад на решетке может быть причиной забивки отверстий грязью или коксом.

Уровень катализатора



Реактор



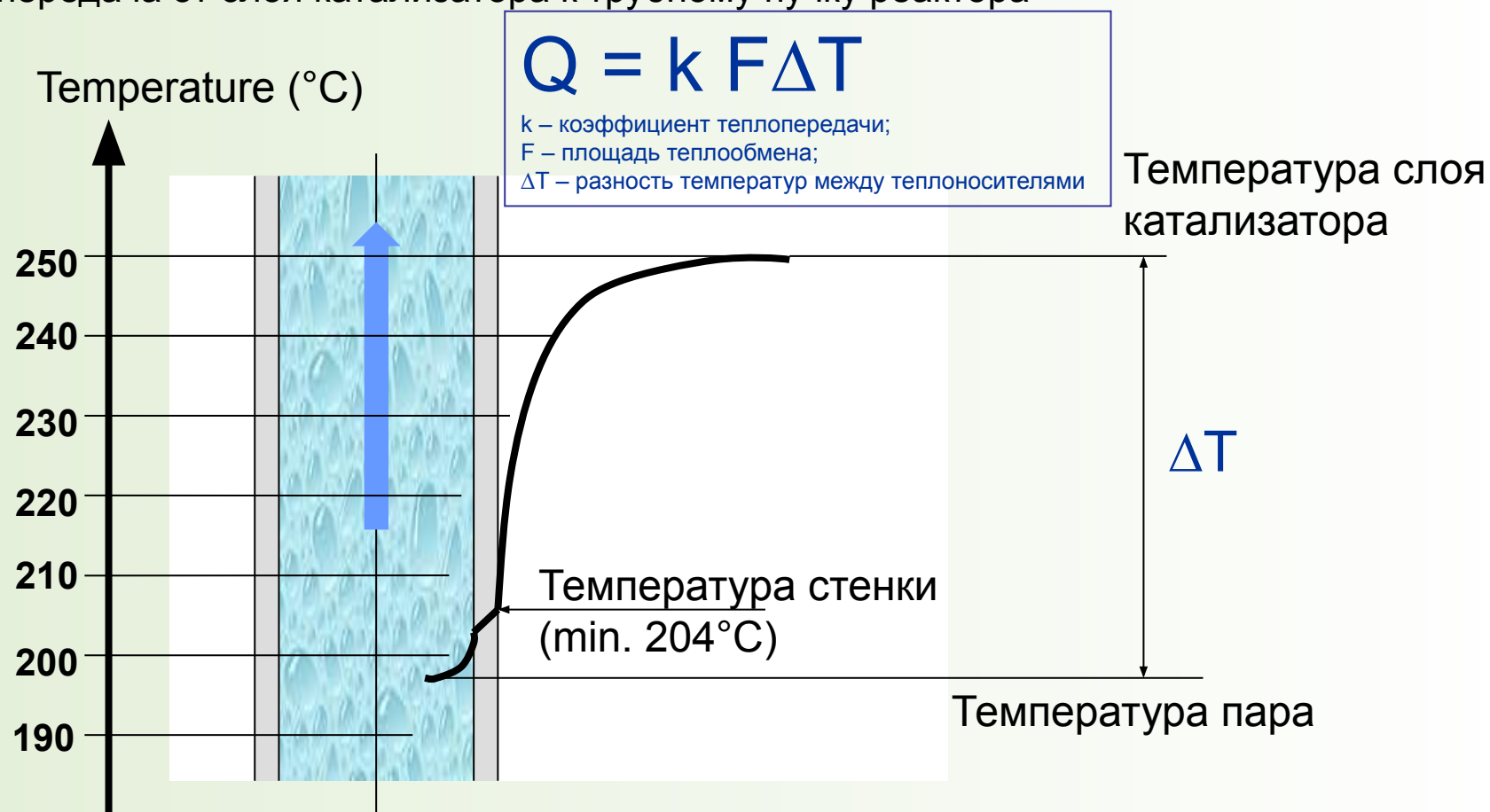
■ Рекуперация тепла

- Тепло реакции отводится посредством трубного пучка реактора, за счет организованного в нем термосифона конденсата высокого давления.
- Пар получается в верхней части сепараторе BVX021. Небольшой поток конденсата отводится из нижней части сепаратора BVX021. Подпитка свежим конденсатом производится для компенсации производства пара (поддержания уровня в сепараторе) (примерно 1,7 т пара/1т CLH) и отвода конденсата. Конденсат для BVX021 подогревается в змеевике печах пиролиза FVP081A/B.
 - ✓ при остановке одной из печей пиролиза произойдет охлаждение конденсата, что приведет к остановке реактора оксихлорирования
 - ✓ остановка обеих печей пиролиза приведет к остановке реактора оксихлорирования из-за отсутствия CLH
- Для избежания коррозии трубного пучка реактора внешняя температура стенки трубки должна быть выше 204°C, что соответствует давлению пара после сепаратора BVX021 примерно 14 бар (согласно практических данных).

Реактор



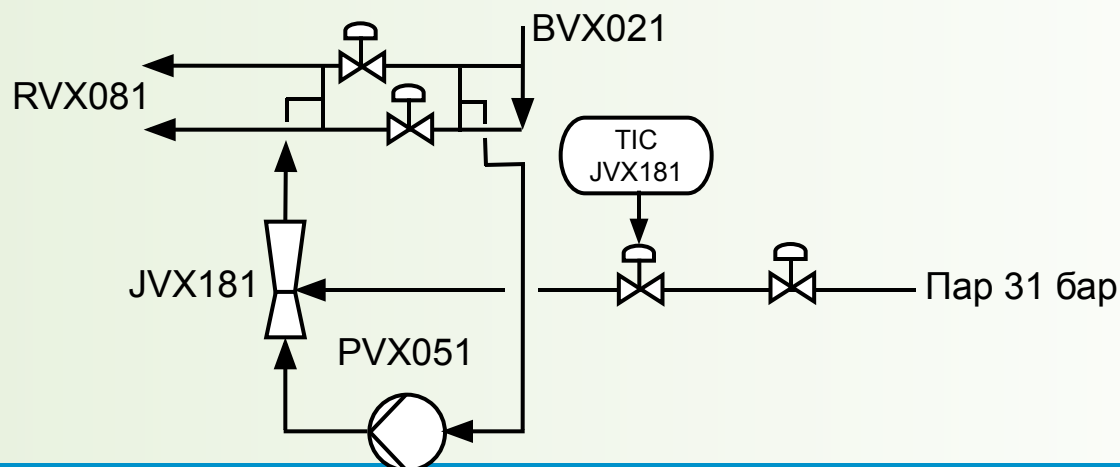
Теплопередача от слоя катализатора к трубному пучку реактора



Реактор



- Перед пуском или в случае остановки термосифон перестает работать из-за недостатка тепла. Принудительная циркуляция осуществляется за счет насоса PVX051 - в этом случае закрываются два отсечных клапана на выходе конденсата из сборника BVX021 (сборник бай-пассируется)
- Пар высокого давления 31 бар подается в инжектор JVX181 для поддержания тепла в реакторе и циркуляции конденсата на время его остановки. В этом случае температура в реакторе поддерживается выше 220 °С.
- Во время поддержания температуры в реакторе уровень конденсата в BVX021 , будет медленно увеличиваться. Для избежания переполнения сборника необходимо из него производить отвод конденсата.



Реактор



■ Пароспутники

- Для избежания коррозии реактора и его трубного пучка после заполнения катализатором реактор должен быть подогрет пароспутниками, в которые подается пар 31 бар.
- Во время пуска и в течении нормальной работы разница температур между реактором RVX081 и сепаратором BVX021 должна быть не более 50°C для избежания температурных расширений
- Прокладка пароспутников также осуществляется на:
 - трубопроводах входящих потоков в реактор
 - продувочных линиях в реактор
 - циклонах
 - трубопроводе продукта с верха реактора до 1-й ступени закалки

Реактор



■ Продувка линий реактора

- Рецикловый газ и N_2 используются для продувки трубопроводов и штуцеров реактора RVX081 в следующих точках:
 - измерение давления ниже и выше решетки
 - штуцер и трубопровод загрузки и выгрузки катализатора
 - измерение давления верха реактора и плотность катализатора
 - продувка отводов от циклонов
 - продувка разрывной мембраны, установленной на верху реактора
- Продувка позволяет избежать забивки штуцеров загрузки/выгрузки катализатора в реактор. На каждой продувочной линии установлена расход.
- Разное давление на отводах от циклонов показывает забивку трубопровода.
- Проверка забивки □ открыть бай-пас на расходной шайбе

Реактор



- Как поддерживать хорошую флюидизацию и равномерное распределение тепла в реакторе:

Избежание слипания: (избыток CuCl_2 и CuCl)

□ Перед пуском

- катализатор в реакторе должен быть нагрет до температуры $> 223^\circ\text{C}$
- подача воздуха в рецикловый газ необходима для окисления катализатора (перед пуском содержание O_2 должно быть примерно 4 % об., пуск реактора производится при содержании O_2 примерно 2% об.)

□ Во время работы

- необходимо поддерживать избыток O_2 в рецикловом газе (1 ÷ 2 % об. В рецикловом газе)
- необходимо контролировать избыток C_2H_4 (3 ÷ 8 % об. в рецикловом газе)

□ В случае остановки стадии

- ручная арматура на трубопроводах ClH и C_2H_4 должна быть закрыта (исключить попадание ClH и C_2H_4 в реактор).

Реактор



- Как поддерживать хорошую флюидизацию и равномерное распределение тепла в реакторе:
 - Обеспечение равномерного распределения газовых потоков Assure good distribution of gases (барботера, трубопровода O_2). □ ΔP на решетке
 - Конверсия ClH должна контролироваться всегда conversion under control ($99 \div 99,5$ %), основываясь на соотношении C_2H_4/ClH и температуре реактора □ контроль по содержанию ClH на отводе кислой воды из BVX082
 - Контроль активности катализатора □ отбор пробы катализатора (в остановочный период) □ анализ (в департаменте в Брюсселе)
 - Выявление содержания Cu и Mg в катализаторе
 - Содержание K уменьшается со временем (K уменьшает горение веществ)
 - Добавление Al и обогащение K и/или добавление свежего катализатора

Реактор



■ Как избежать коррозии трубного пучка реактора:

- Строго выдерживать температуру стенки:

- INCONEL 600 - 204 °C

- Температура поверхности трубки реактора типа ETHYL рассчитывается

$$TWT = 0.8 \cdot T_{\text{пара}} + 0.2 \cdot T_{\text{слой катализатора}}$$

На практике: поддержание давления пара > 14 бар.

- Поддержание оптимального уровня катализатора: чуть выше трубного пучка (в этом случае участвует максимальная площадь пучка для теплопередачи:

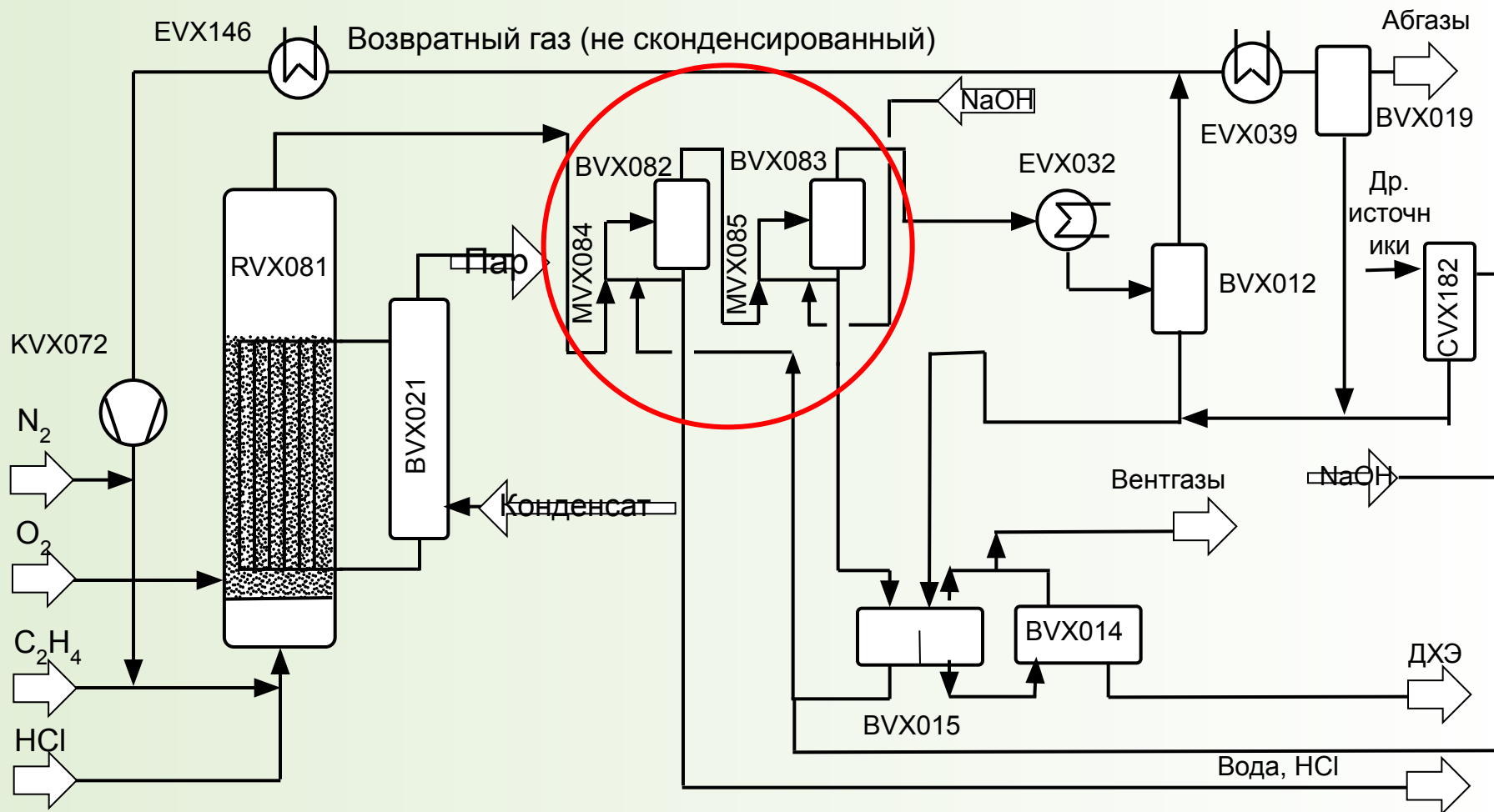
$$Q = k \cdot F \cdot \Delta T).$$

- Обновление состава катализатора (анализ проводить минимум 1 раз в год).



Закалка

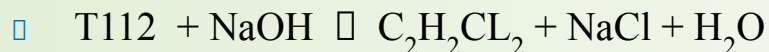
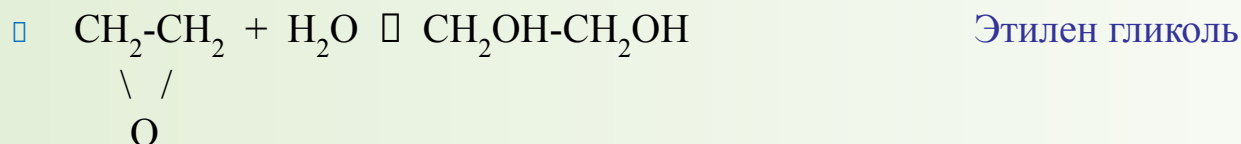
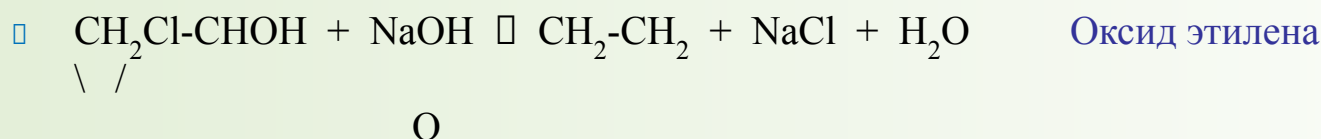
Нейтрализация



Нейтрализация



- Побочные реакции в кислом и щелочном закаточных колоннах и нейтрализация перед выпаркой:

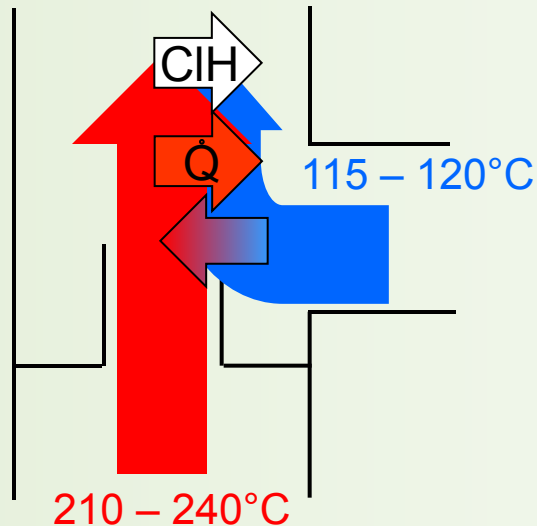


Формиат натрия + Этилен гликоль => Хлораль (с образованием в воде хлороформа)

Нейтрализация



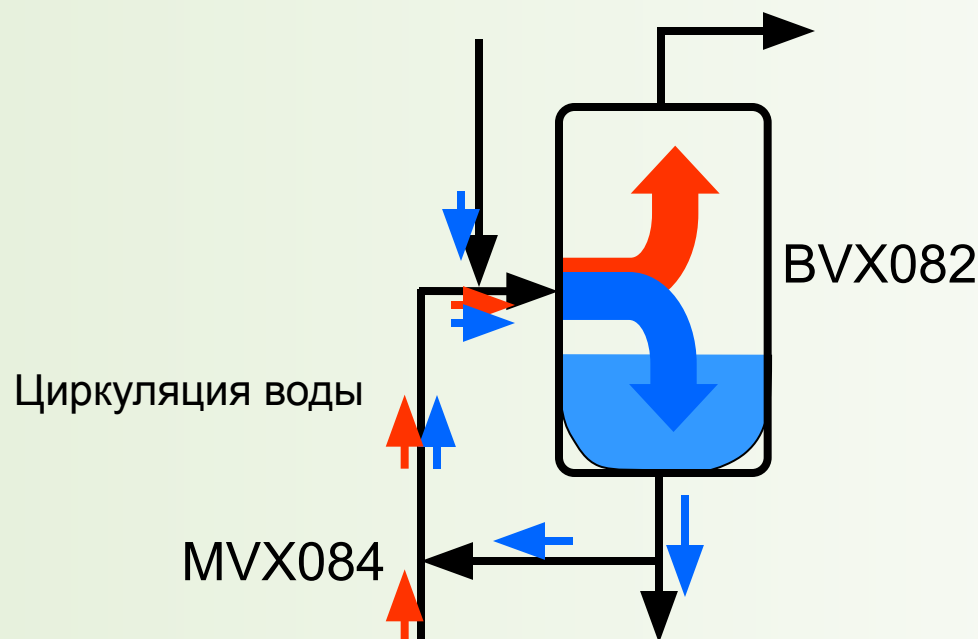
- Закалка водой (кислая закалка) (эжектор MVX084)
 - Резкое охлаждение газа из реактора для прекращения реакции
 - Улучшение контакта между газом и водой в MVX084
 - Вода испаряется и охлаждает газ (примерно 100 кг/т CLH)
 - Непрореагировавший CLH переходит из газовой фазы в воду



Нейтрализация



- Функция заделки водой (кислая заделка) (сепаратор BVX82)
 - Дополнительный контакт между газовой и жидкой фазами → дальнейшее охлаждение и отмывка
 - Разделение газовой и жидкой фаз



Нейтрализация



■ Закалка водой (кислая закалка):

- Реакционные газы охлаждаются водой в эжекторе MVX084. Охлажденные газы отделяются от воды в сепараторе BVX082. Циркуляция воды осуществляется за счет эжектора MVX084.
- Большая часть непрореагировавшего ClH в реакторе абсорбируется водой. Из сепаратора BVX082 постоянно отводится кислая вода на очистку для избежания накопления HCl .
- Вода из процесса от декантатора BVX015 подается в циркуляционный контур для компенсации отведенной и испарившейся воды в сепараторе (около 100 кг/т ClH).
- Побочная реакция: $1,2\text{-ДХЭ} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CH}_2\text{Cl-CHON}$ (хлорэтанол)
Связано с временем пребывания □ контроль уровня
- Катализатор, который уносится после циклонов отводится вместе с водой после кислой закалки □ Очистка сточных вод

Нейтрализация



■ Щелочная закалка:

□ Эжектор MVX085

- Интенсивное взаимодействие между реакционным газом и слабощелочным водным раствором (pH 7,5)
- CLH-газ не абсорбировавшийся в сепараторе BVX082 нейтрализуется и отводится вместе с жидким потоком

□ Сепаратор BVX083

- Дополнительное взаимодействие между газовой и жидкой фазами
- Разделение газовой и жидкой фаз
- CLH должен быть полностью поглощен и нейтрализован для избежания коррозии в EVX032 !

Нейтрализация



■ Щелочная закалка:

- Остаточный ClH в реакционном газе нейтрализуется каустической содой в эжекторе MVX085, соединенный с сепаратором BVX083. Жидкая фаза отводится в сборник BVX015. Свежий раствор 5%(мас.) NaOH подается из TVM014, полученный путем разбавления 25%(масс) NaOH водой, в сепаратор BVX083 через скруббер CVX182 для поддержания pH в жидкой фазе 7,5÷8,5. В этом диапазоне pH образуется NaHCO_3 – результат реакции избытка NaOH и CO_2 (при увеличении pH будет образовываться соль Na_2CO_3 образование осадка)

- Небольшое количество каустической соды подается после сепаратора BVX083 для избежания коррозии трубопроводов и аппаратуры.

Если подача щелочи после BVX083 недостаточна, то это приведет к мгновенной коррозии на входе в конденсатор EVX032 (в Бразилии пропуск продукта произошел через 6 недель !!!).

- Побочная реакция: $1,2\text{-ДХЭ} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CH}_2\text{Cl-CHOH}$ (хлрэтанола)
Связано с временем пребывания □ контроль уровня

Нейтрализация

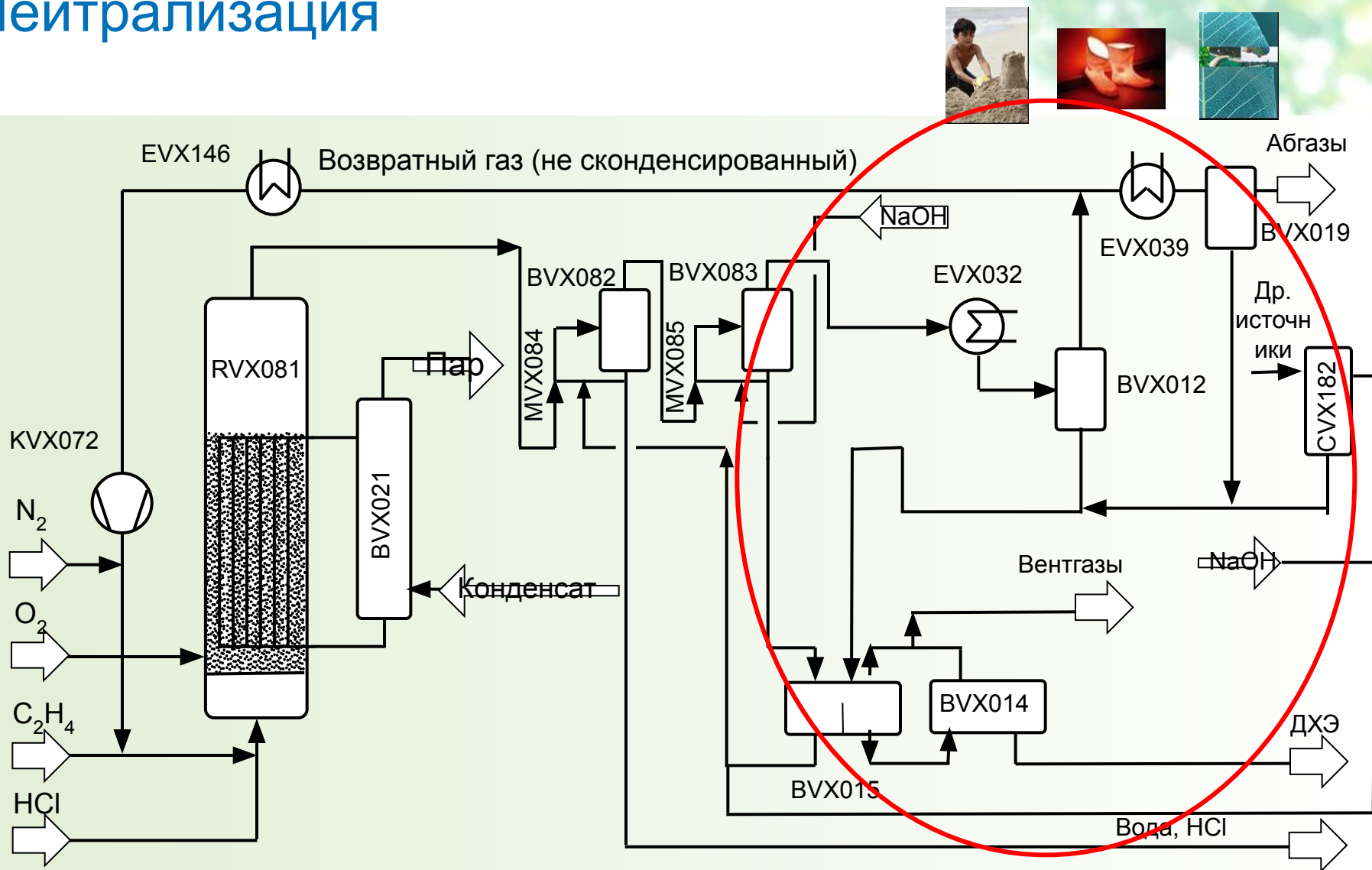


- Кислая и щелочная закалки:
 - Побочные реакции:
 - $\text{ДХЭ} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CH}_2\text{Cl}-\text{CHON}$ (хлорэтанол)
 - $\text{CH}_2\text{Cl}-\text{CHON} + \text{NaOH} \rightarrow \text{окись этилена} + \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$
 - $\text{Окись этилена} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{CH}_2\text{OH}-\text{CH}_2\text{OH}$ (этиленгликоль)
 - $\text{CCl}_3-\text{CH}=\text{O} + \text{NaOH} \rightarrow \text{CHCl}_3 + \text{NaHCO}_3$ (переход хлораля в хлороформ и формиат натрия)
 - $112\text{-трихлорэтан} + \text{NaOH} \rightarrow \text{дихлорэтилен} + \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$
- Образование побочных продуктов связано с временем пребывания
 - Высокий уровень в BVX082 and BVX083 □ увеличения образования побочных продуктов
 - Если уровень слишком низкий, это может привести к уменьшению производительности закалки
- Образование побочных продуктов также связано с концентрацией NaOH
 - Чем выше концентрация, тем больше побочных продуктов



Конденсация и Разделение

Нейтрализация



Конденсация/Разделение



- Охлажденные и нейтрализованные газы проходят через водяной теплообменник EVX032, где происходит конденсация ДХЭ. Далее сконденсированный продукт поступает в сепаратор BVX012.
- Цель BVX012 заключается:
 - в разделении жидкой (сконденсированный продукт) и газовой (вент.газы и рецикловый газ) фаз;
 - в разделении систем низкого и высокого давлений процесса оксихлорирования.
- **Уровень** в BVX012 является очень **важным параметром**
 - если уровень слишком высокий, то это может быть причиной попадания жидкости в системы абгазов и рециклового газа
 - Если уровень слишком низкий (или нет совсем), то давление может увеличиться в аппаратах BVX014, BVX015 и CVX182, не рассчитанные на это. Такая ситуация может привести к срабатыванию предохранительного устройства, установленного на трубопроводе газовой фазе между аппаратами BVX015 и BVX014.

Конденсация/Разделение



- Газовый фаза после BVX012 складывается из:
 - инертных газов (N_2 ; аргон, содержащийся в O_2 и т.д.)
 - продуктов горения (CO и CO_2)
 - непрореагировавших C_2H_4 и O_2 .
 - несконденсировавшегося ДХЭ и воды из реактора.
- Большая часть этого потока возвращается в реактор RVX081 для поддержания псевдооживленного слоя (флюидизации).
- Небольшая часть этого потока отводится на стадию сжигания или на свечу DVX093 для поддержания постоянного давления в системе оксихлорирования.
- Сверху сепаратора BVX012 анализируется в системе on-line O_2 , C_2H_4 , CO and CO_2 .
- Блокирующий теплообменник EVX039 позволяет избежать потерь ДХЭ в газовой фазе, отводящихся на сжигание. Жидкая фаза возвращается в BVX012.

ВНИМАНИЕ: при температуре ниже $0^\circ C$ возникает риск заморозить газовую систему из-за влажности в газовом потоке.



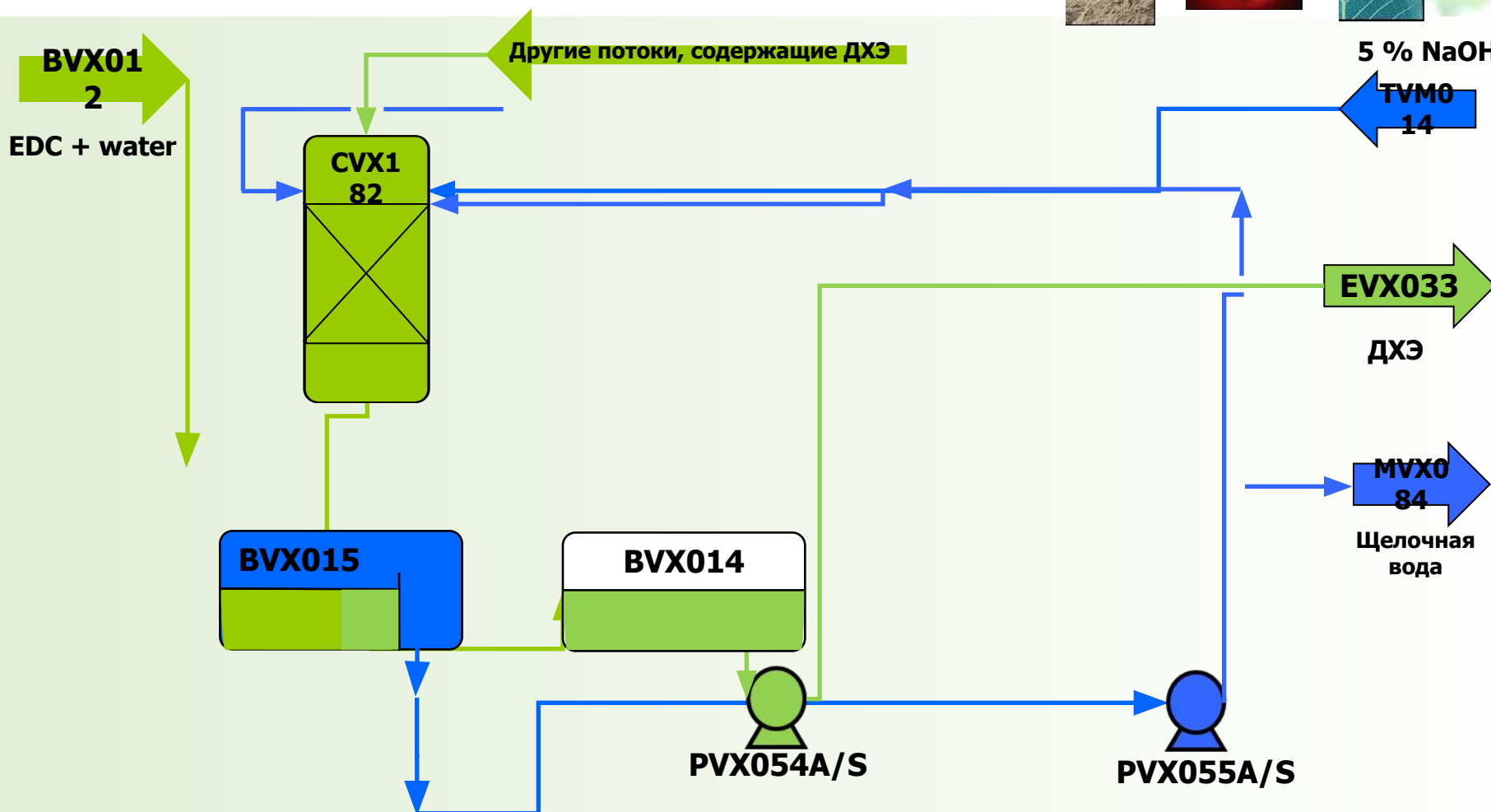
Нейтрализация Декантация

Нейтрализация/Декантация



- После нейтрализации дихлорэтан отводится в BVX015
 - После разделения ДХЭ переходит в нижний слой в 1-м отсеке сборника BVX015 и откачивается в сборник BVX014
 - Щелочная вода сверху сборника BVX015 переливается через внутреннюю перегородку и откачивается в аппараты CVX182 и BVX082
- Часть сконденсированного продукта в виде водного раствора из сепаратора BVX012 поступает в емкость BVX015 и далее в скруббер CVX182.
- В CVX182 ДХЭ нейтрализуется 5 % (масс.) NaOH от сборника TVM014.
- При необходимости, некоторые потоки могут быть отправлены на нейтрализацию оксихлорирования

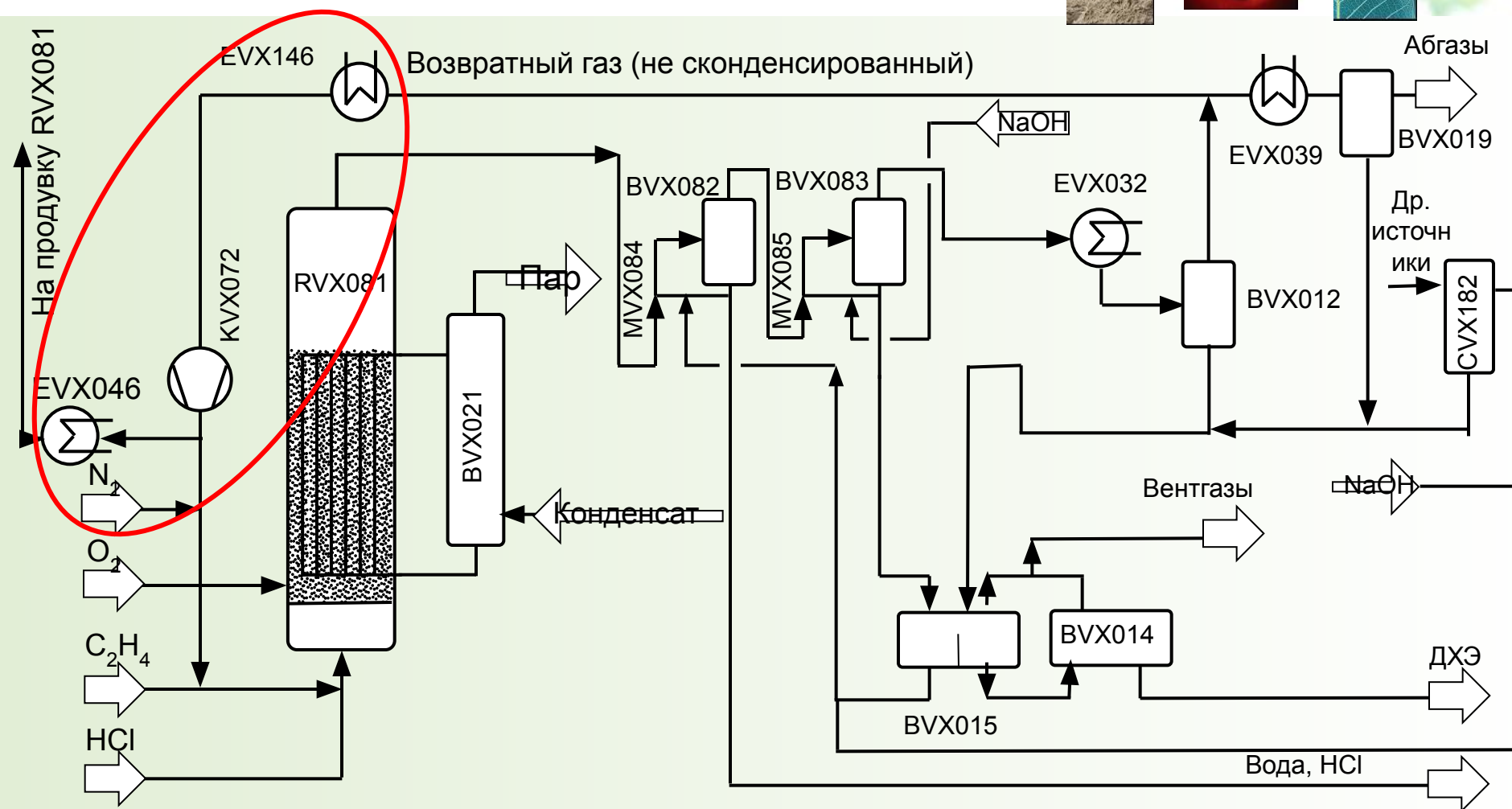
Нейтрализация/Декантация





Рецикловый газ

Нейтрализация



Рецикловый газ



- Большая часть ($> 95\%$) несконденсировавшихся газов оксихлорирования циркулируются через компрессор KVX072. Небольшой поток подается на сжигание.
- Расход рециклового газа постоянно контролируется для поддержания псевдооживленного слоя катализатора, затем смешивается с C_2H_4 .
- Незначительная часть потока рециклового газа используется для продувки штуцеров и опусков от циклонов (dip-legs) реактора RVX081 для избежания забивки их катализатором.
 - Во время остановки реактора RVX081 поток N_2 подается в систему через клапан HV EVX041E, предварительно подогреваясь в теплообменнике EVX041 паром 13 бар и смешиваясь с этиленом и рецикловым газом и через клапан азота FV EVX041D на продувку штуцеров.
- В случае остановки компрессора KVX072 автоматически открываются клапаны HV EVX041E и FV EVX041D и подается максимальное количество азота после компрессора для поддержания псевдооживленного слоя (флюидизации) в реакторе RVX081.

Рецикловый газ



- Основное назначение рециклового газа:
 - Для поддержания флюидизации катализатора при нормальной работе и при остановке реактора
 - Для увеличения конверсии C_2H_4 : большая часть непрореагировавшего C_2H_4 циркулируется через реактор
- Несконденсированные газы после BVX012 содержат большое количество воды и CO_2 . Для избежания коррозии в компрессоре KVX072 рецикловые газы подогреваются до $50^{\circ}C$ в теплообменнике EVX146, обогреваемом паром 2,5 бар.



Контроль процесса

Контроль процесса



- **Основной параметр**, который контролируется в оксихлорировании – это поток CLH. Он выводится в операторную производства ВХМ.
 - Расход $\text{ClH} \approx 0,58 * \text{Продукция ВХМ}$
 - Если растет уровень в BVT011, необходимо увеличить расход CLH на стадию оксихлорирования; при падении уровня в BVT011 - наоборот
- Некоторые уставки, которые рассчитываются по расходу CLH:
 - Соотношение расходов O_2/ClH и $\text{C}_2\text{H}_4/\text{ClH}$
 - давление в реакторе RVX081
 - температура реакции*
 - отбор из BVX082* □ $0,5 \text{ т H}_2\text{O} / \text{т ClH} \approx \sim 250 \text{ кг} / \text{т CLH}$ (образование воды по реакции) + $1 \div 2 \text{ т H}_2\text{O}$ (дополнительно)

Контроль процесса



■ Основные потоки реактора:

- На всех потоках, входящие в реактор (O_2 , ClH , C_2H_4 и рецикловый газ) производится замер расхода двумя расходомерами с последующей корректировкой по температуре и давлению.
- Расход ClH устанавливается оператором. Изменение соотношения потоков производится плавно - без резких изменений значений.
- Измеренный расход ClH используется при расчете соотношения потоков C_2H_4/ClH . Это значение постоянно корректируется автоматически (или корректирует оператор) и также изменяется в зависимости от содержания C_2H_4 в абгазах после сепаратора BVX012.
- Измеренный расход ClH используется при расчете соотношения потоков O_2/ClH . Это значение постоянно корректируется автоматически системой и базируется на содержании O_2 в абгазах после сепаратора BVX012. В результате реакции происходит горение этилена с образованием CO_2 .
Постоянный расход N_2 подается в трубопровод O_2 для отвода CO_2 .

Контроль процесса



■ Основные потоки реактора:

- Рецикловый газ измеряется в $\text{м}^3/\text{ч}$ и не зависит от расхода хлористого водорода. Это позволяет держать оптимальную скорость потока 25 and 30 $\text{см}/\text{с}$ (SLV) в реакторе, достаточную для поддержания псевдоожиженного слоя вне зависимости от расхода CLH.
- Значение потока рециклового газа задается на входе в реактор ниже решетки, что также является гарантией продувки штуцеров.
- Рецикловый газ, используемый для продувки, ограничивается расходными шайбами, установленными на каждом штуцере.

Контроль процесса



■ Контроль давления в реакторе:

- Чем выше время пребывания τ , тем выше конверсия

$$\tau = V \cdot \rho / \dot{M}$$

Где V – объем реактора;

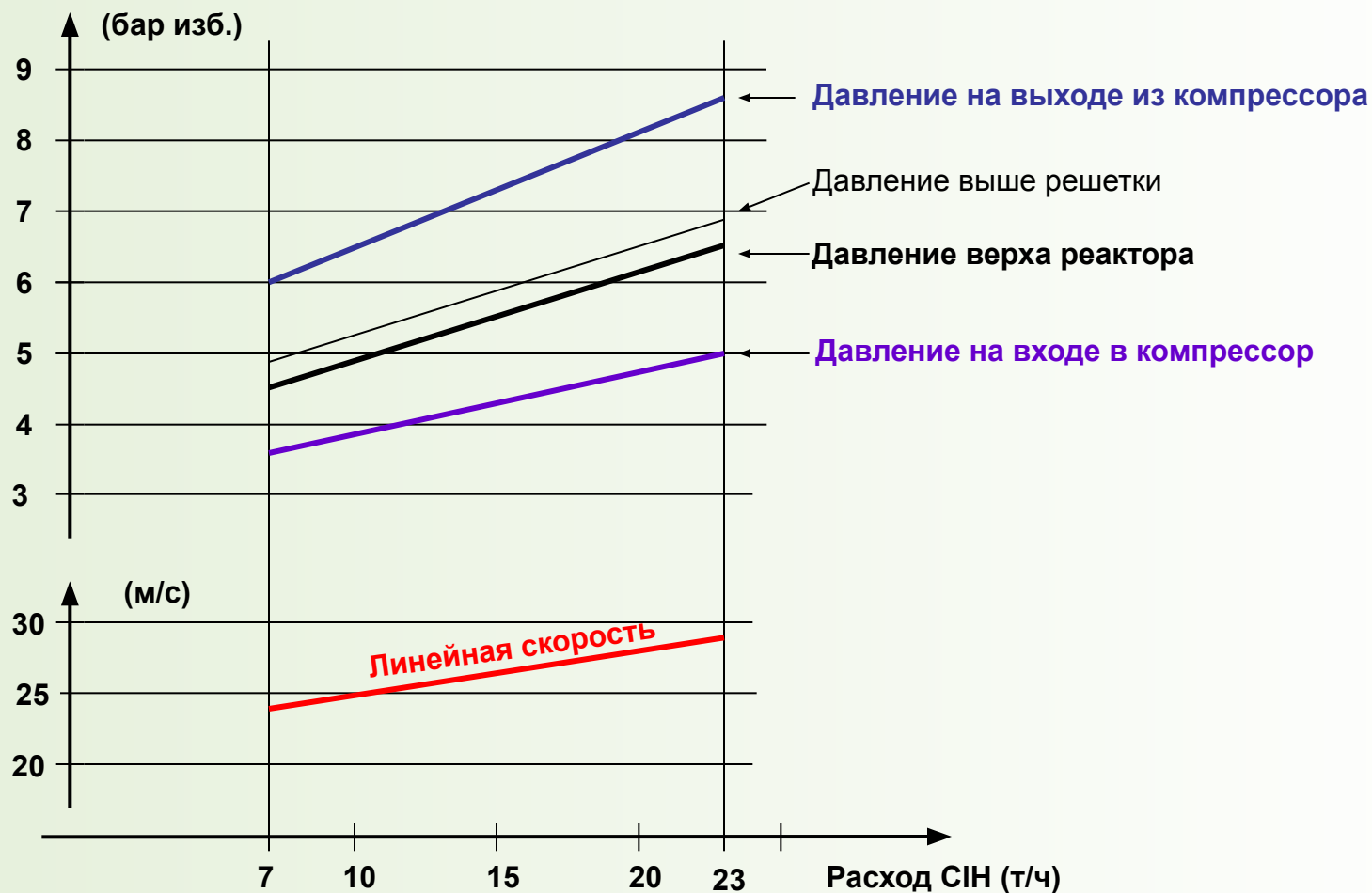
$\dot{M}$ – массовый расход;

ρ – плотность потока при рабочих условиях.

- Чем выше расход CLH, тем меньше время пребывания (скорость реакции)
- Это может быть компенсировано за счет давления в реакторе и плотности потока (зависит от давления)
- При постоянном давлении в системе и уменьшении расхода CLH, плотность потока будет выше и приведет к снижению скорости потока и, как следствие, к уменьшению флюидизации
- Чтобы достичь требуемой скорости потока давление верха реактора должно быть линейной функцией расхода CLH.
- Увеличение расхода CLH приводит к увеличению давления в реакторе (график зависимости давления от расхода CLH)

Контроль процесса

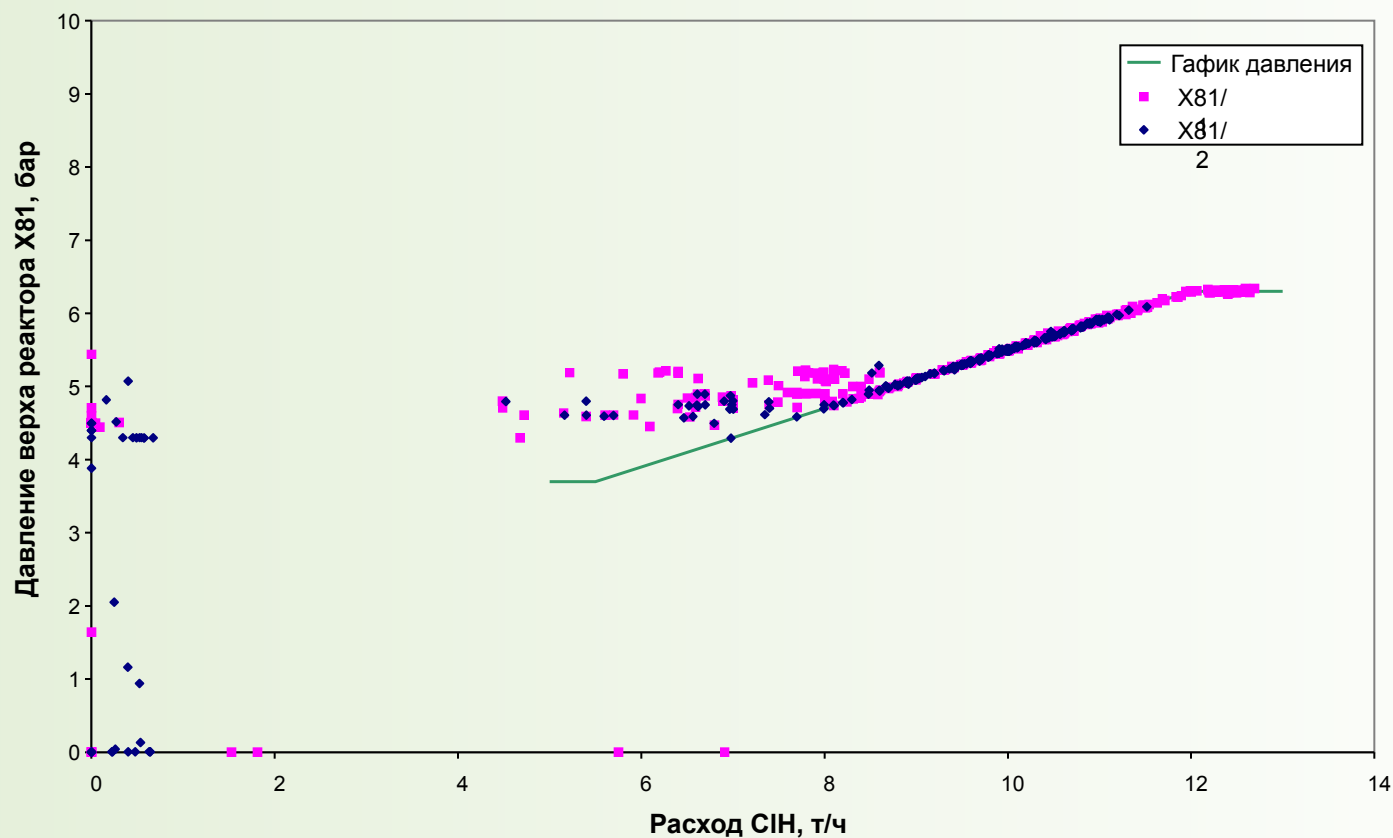
График зависимости давления от расхода Cl_2H



Контроль процесса

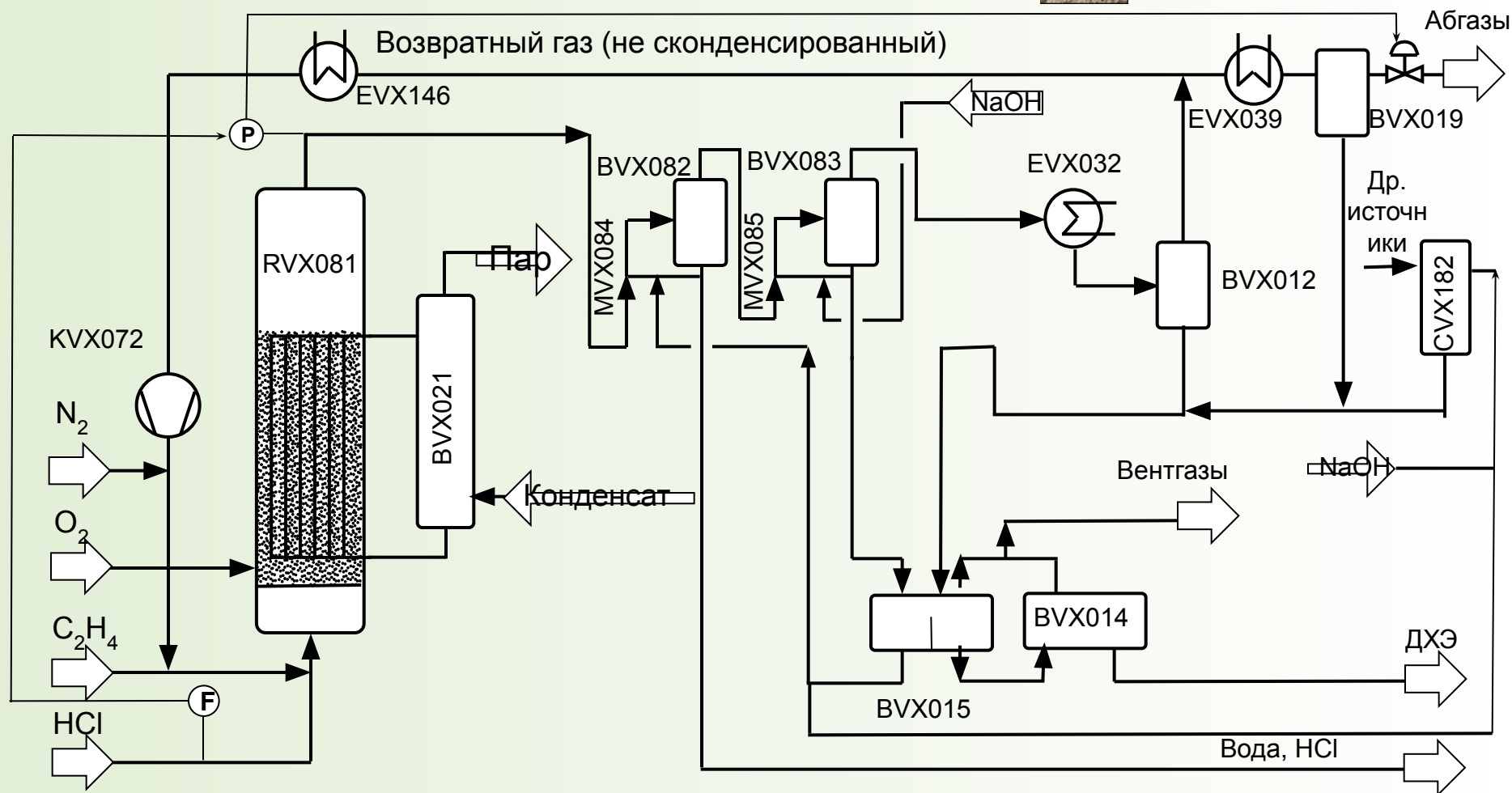


- График зависимости давления (Rheinberg):



Контроль процесса

Контроль давления



Контроль процесса

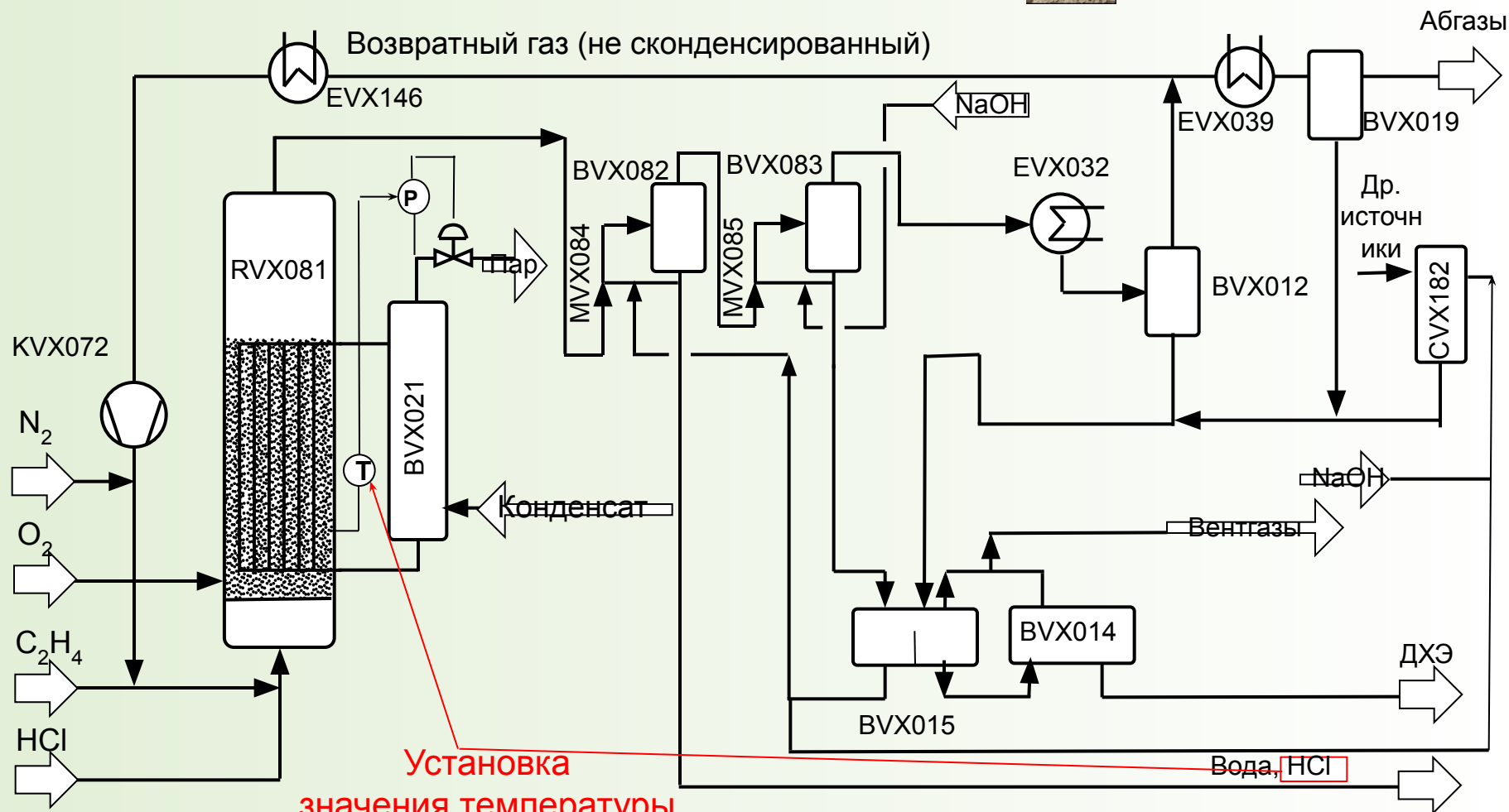


- Контроль температуры:
 - Давление пара в сепараторе BVX021 определяется температурой в реакторе
 - Чем выше температура, тем выше скорость реакции
($R = k * c_1^{n1} * c_2^{n2} * \dots$ и $k = k_{\infty} * \exp(-E/RT)$)
 - Чем выше скорость реакции, тем выше выход

- Установка значения температуры по следующим параметрам
 - По значению pH воды из BVX082 (1 – 1,3)
 - Потери ClH ($< 7 \text{ кг/т}_{\text{ClH}}$) – анализ Cl^-
 - Расход ClH

Контроль процесса

Контроль температуры



Установка
значения температуры
по данному параметру

Контроль процесса



- Контроль концентрации C_2H_4 и O_2 :
 - Чем выше скорость реакции, тем выше выход
 - Чем выше концентрация реагентов, тем выше скорость реакции
($R = k * c_1^{n1} * c_2^{n2} * \dots$)
 - Избыток этилена и кислорода возвращается в реактор вместе с рецикловым газом

- Установочные значения для C_2H_4 :
 - По экономическим причинам $1 \div 5 \%$

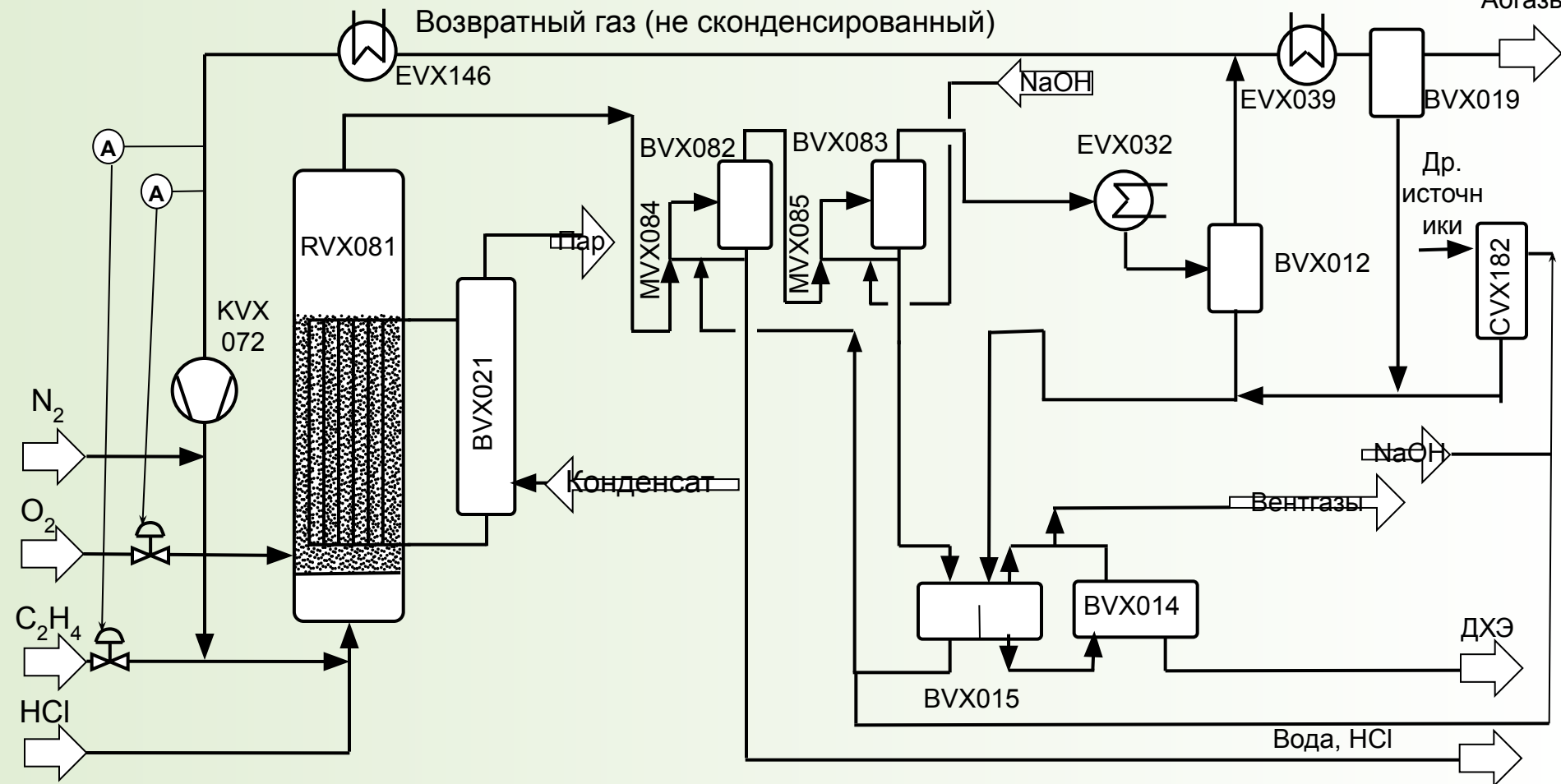
- Установочные значения для O_2 :
 - По причине безопасности $1,5 \%$

Контроль процесса

Контроль содержания O_2 и C_2H_4



Абгазы



Контроль процесса



Оптимизация процесса

- Выбор оптимальных значений процесса оксихлорирования приводит к уменьшению себестоимости произведенного 1 т ДХЭ
- Стоимость ДХЭ состоит из:
 - Стоимость исходных веществ ClH , O_2 , C_2H_4 (конверсия □ EDC)
 - Стоимость NaOH (нейтрализация непрореагировавшего ClH)
 - Стоимость N_2
 - Стоимость отведенных побочных продуктов
 - Стоимость катализатора
 - Стоимость обслуживания

Контроль процесса



Оптимизация процесса

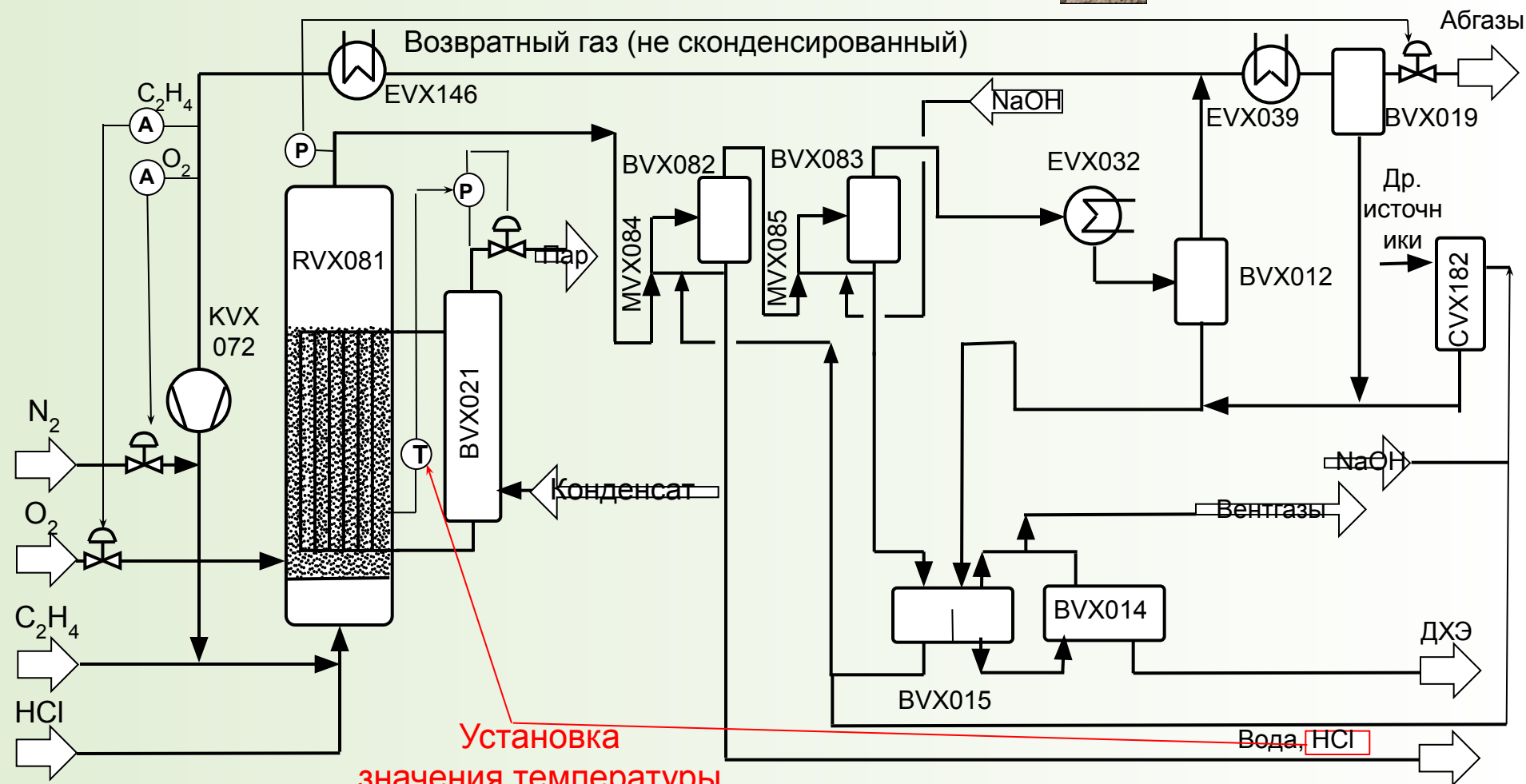
■ Выбор оптимальных значений параметров оксихлорирования:

- Температура реакции (по pH и Cl^- на выходе из BVX082)
- Концентрация этилена в рецикловом газе
- Концентрация кислорода в рецикловом газе
- График зависимости давления от расхода CLH
- Давление рециклового газа

Конверсия
Горение

Контроль процесса

Оптимизация процесса



Контроль процесса



Оптимизация процесса

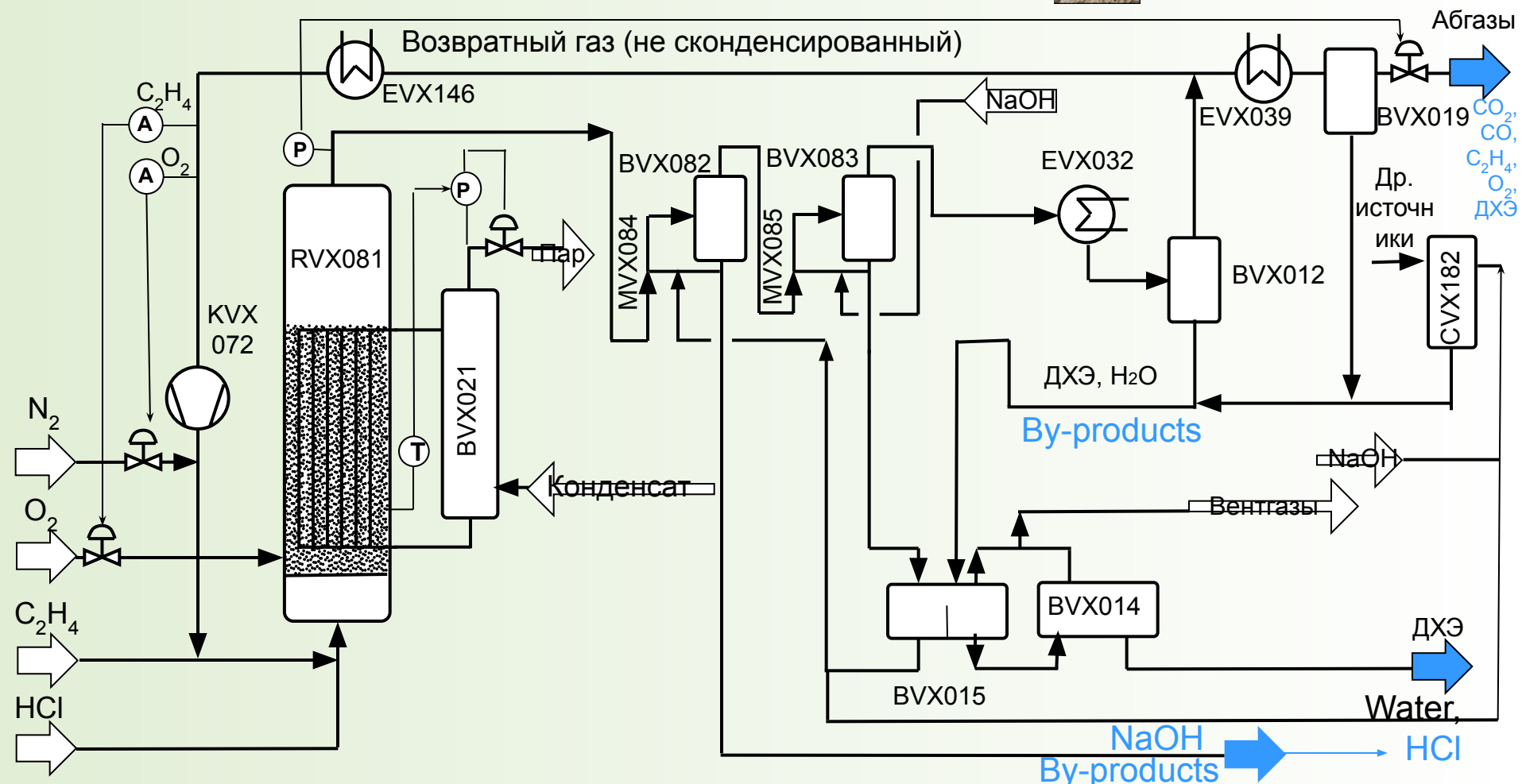
■ Оптимальные параметры для идеального процесса:

- Полная конверсия ClH , O_2 и C_2H_4 в ДХЭ и H_2O
- Отсутствие побочных продуктов
- Отсутствие расхода NaOH для нейтрализации ClH на отводящем потоке после BVX082

■ Возможные реальные потери Possible losses:

- Потери ClH на отводящем потоке после BVX082
- Потери ClH , O_2 и C_2H_4 при образовании побочных продуктов
- Потери C_2H_4 и O_2 с абгазами
- Дополнительные потери NaOH для нейтрализации ClH на стадии очистки сточных вод в CVW081A/B
- Потери на образование побочных продуктов (кроме CO_2 и CO)
- Если расход отводящего потока после BVX082 **слишком высокий**, это может быть причиной повышенного расхода пара на стадии Очистки сточных вод (пар на отпарные колонны)

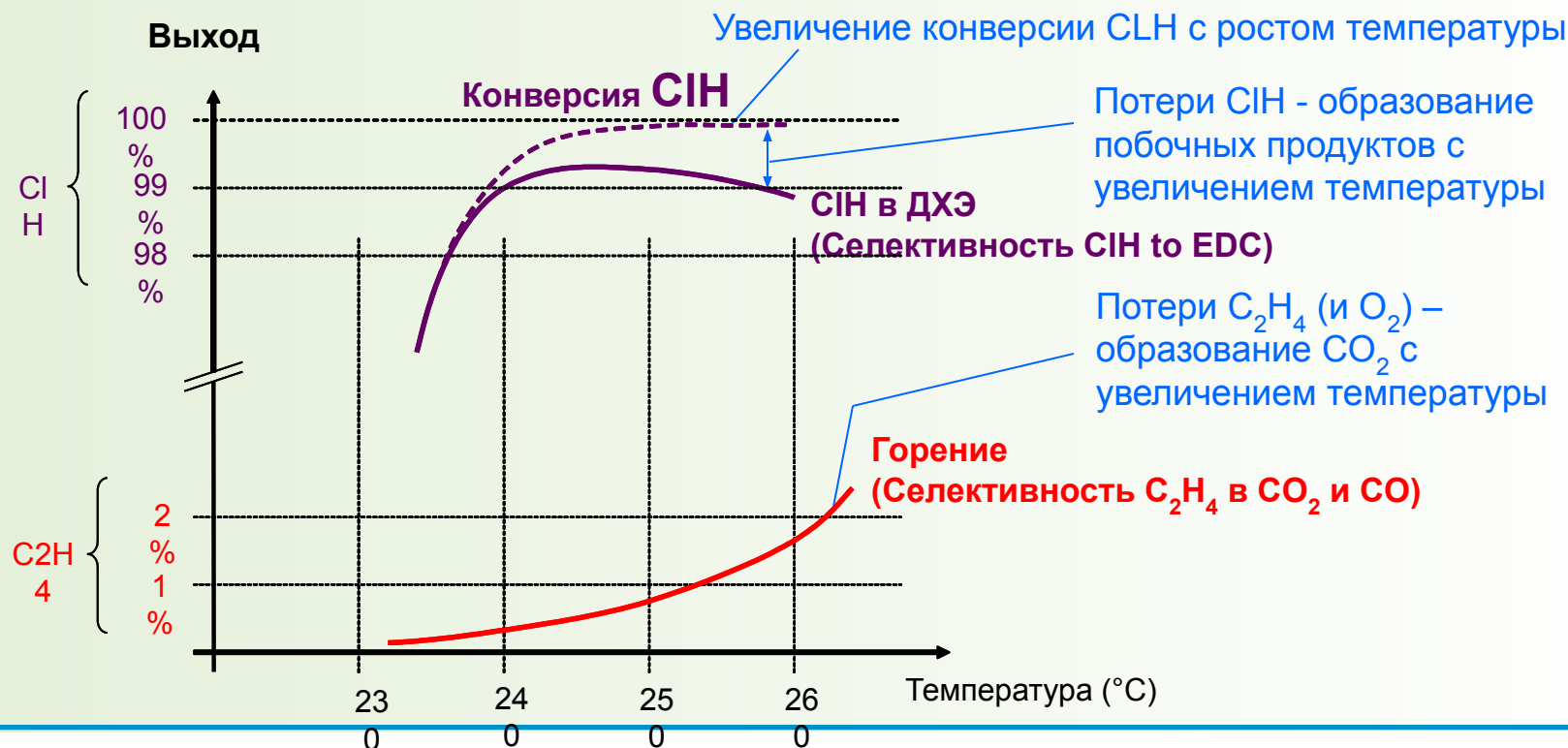
Оптимизация процесса



Оптимизация процесса



- Температура реакции (диаграмма DCRT – Центральный Исследовательский Отдел в Брюсселе (Central Research Department in Brussels))





Безопасность

Безопасность



Блокировочные значения оксихлорирования

Оборудование	Параметры	Блокировка	Сигнализация	Действия для блокировки	Причины
EVX044	min расход ClH	8500 кг/ч	9400 кг/ч	Система управления ДПУ	
EVX044	min давление ClH на входе в RVX081	-	8,0 бар	Система управления ДПУ	
EVX044	температура ClH на выходе из EVX044	-	170 °C	Система управления ДПУ	
EVX041	min. расход C ₂ H ₄	3200 кг/ч	3600 кг/ч	Система управления ДПУ	
EVX041	Соотношение расхода этилена к расходу CLH	-	0,39 0,46	Система управления ДПУ	
EVX041	Соотношение расхода кислорода к расходу этилена	0,9	0,8	Система управления ДПУ	
EVX041	Расход циркуляционного газа	12500 кг/ч	18600 кг/ч	Система управления ДПУ	
EVX041	Температура смеси этилена и циркуляционного газа после EVX041	-	50 °C	Система управления ДПУ	

Безопасность



Блокировочные значения оксихлорирования

Оборудование	Параметры	Блокировка	Сигнализация	Действия для блокировки	Причины
EVX042	Температура смеси этилена и циркуляционного газа после EVX042	-	170 °C	Система управления ДПУ	
SVX095	Перепад давления на фильтре	-	0,8 бар	Система управления ДПУ	
SVX095	Давление кислорода после фильтра	6,5 бар	8,0 бар	Система управления ДПУ	
SVX095	Расход O ₂ после фильтра	2000 кг/ч 6900 кг/ч	2600 кг/ч 6600 кг/ч	Система управления ДПУ	
SVX095	Соотношение расхода кислорода к расходу этилена	-	0,6 0,8	Система управления ДПУ	
SVX195	Перепад давления на фильтре азота	-	0,8 бар	Система управления ДПУ	
SVX195	Давление азота после фильтра	-	7,5 бар	Система управления ДПУ	
SVX195	Перепад давления между азотом и кислородом ($\Delta P N_2 / O_2$)	0,2 бар	0,4 бар	Система управления ДПУ	

Безопасность



Блокировочные значения оксихлорирования

Оборудование	Параметры	Блокировка	Сигнализация	Действия для блокировки	Причины
EVX045	Температура газа после теплообменника	-	170°C	Система управления ДПУ	
RVX81	Температура под распределительной решеткой реактора	225°C	180°C 215°C	Система управления ДПУ	
RVX81	Температура над распределительной решеткой реактора	-	230°C	Система управления ДПУ	
RVX81	Перепад давления между верхом реактора и всасом KVX072	-	2,0 бар	Система управления ДПУ	
RVX81	Давление верха реактора	7,0 бар	6,8 бар	Система управления ДПУ	
BVX021	Расход подачи воды	-	7200 кг/ч	Система управления ДПУ	
BVX082	Уровень сепаратора	-	15% 30%	Система управления ДПУ	
BVX082	Температура газа на выходе из сепаратора	-	130°C 140°C	Система управления ДПУ	

Безопасность



Блокировочные значения оксихлорирования

Оборудование	Параметры	Блокировка	Сигнализация	Действия для блокировки	Причины
BVX082	Электропроводность из кислого дренажа после сепаратора	-	350 мСм/см	Система управления ДПУ	
BVX083	Уровень сепаратора	-	15% 30%	Система управления ДПУ	
BVX083	Расход технологической воды из сепаратора	-	0,9	Система управления ДПУ	
BVX083	Концентрация ионов водорода технологической воды из сепаратора (pH)	-	7,5	Система управления ДПУ	
MVX085	Расход NaOH в смеситель	-	200 700	Система управления ДПУ	
BVX012	Уровень в емкости	-	24% 40%	Система управления ДПУ	
BVX012	Температура в емкости	-	50°C	Система управления ДПУ	
BVX012	Объемная доля этилена в газе после емкости	-	1,0 % об.	Система управления ДПУ	

Безопасность



Блокировочные значения оксихлорирования

Оборудование	Параметры	Блокировка	Сигнализация	Действия для блокировки	Причины
BVX012	Объемная доля двуокиси в газе после емкости	-	35,0 % об.	Система управления ДПУ	
BVX012	Объемная доля кислорода в газе после емкости	-	2,5 % об.	Система управления ДПУ	
EVX046	Давление газа в теплообменник	-	5,5 бар	Система управления ДПУ	
EVX146	Температура на выходе газа из теплообменника	-	40°C 60°C	Система управления ДПУ	
EVX146	Давление воздуха на входе газа в теплообменник	-	5,0 бар	Система управления ДПУ	
BVX022	Уровень сепаратора	-	10% 35%	Система управления ДПУ	
BVX022	Давление газа из сепаратора	-	4,0 бар	Система управления ДПУ	
KVX072	Температура всаса компрессора	-	40°C 60°C	Система управления ДПУ	

Безопасность



Блокировочные значения оксихлорирования

Оборудование	Параметры	Блокировка	Сигнализация	Действия для блокировки	Причины
KVX072	Давление на всасе компрессора	3,0 бар	4,0 бар 7,0 бар	Система управления ДПУ	
KVX072	Контроль угла поворота лопаток	-	5% 95%	Система управления ДПУ	
KVX072	Температура на нагнетании компрессора	-	90°C 115°C	Система управления ДПУ	
KVX072	Давление на нагнетании компрессора	-	6,5 бар 11,0 бар	Система управления ДПУ	
KVX072	Температура подшипников приводного и выходного валов	115°C	110°C	Система управления ДПУ	
KVX072	Температура переднего и заднего подшипников	120°C	110°C	Система управления ДПУ	
KVX072-S2	Температура масла после фильтра	15°C	20°C 52°C	Система управления ДПУ	
KVX072-S2	Давление масла после фильтра	0,9 бар	1,2 бар 3,0 бар	Система управления ДПУ	

Безопасность



Блокировочные значения оксихлорирования

Оборудование	Параметры	Блокировка	Сигнализация	Действия для блокировки	Причины
EVX039	Давление газа теплообменник	7,0 бар	-	Система управления ДПУ	
BVX019	Температура выхода газа из сепаратора	-	0°C 10°C	Система управления ДПУ	
BVX019	Расход газа из сепаратора	-	250 м³/ч 340 м³/ч	Система управления ДПУ	
BVX015	Уровень в емкости	12%	15% 55%	Система управления ДПУ	
BVX014	Уровень в емкости	15%	25% 60%	Система управления ДПУ	
PVX054 A/S	Расход продукта из емкости BVX014	-	8000 кг/ч 46000 кг/ч	Система управления ДПУ	
BVX014 BVX015	Давление газа на выходе из емкостей	-	0,1 бар 2,0 бар	Система управления ДПУ	

Безопасность



■ Опасность утечек:

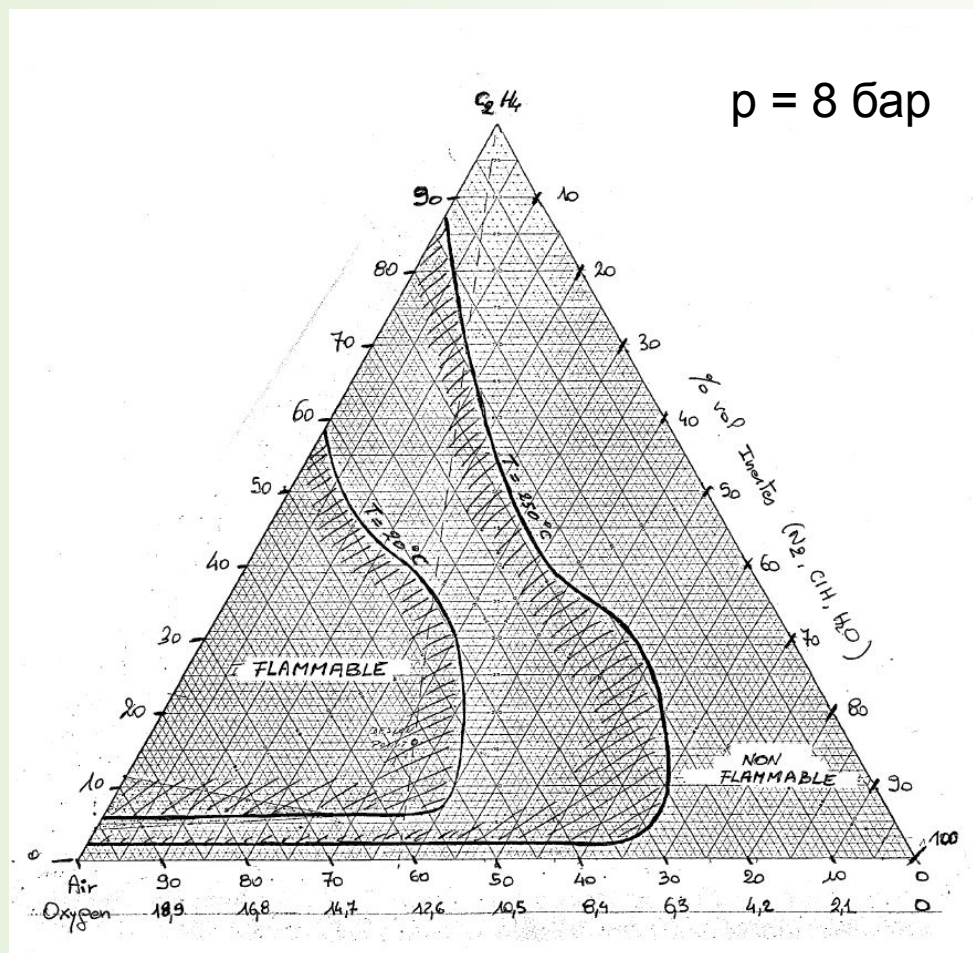
- ClH - токсичен
- C_2H_4 – огнеопасен
- O_2 – высокая концентрация (> 30 % об.) может быть очень опасна :
 - Сильное горение
 - Быстрое воспламенение
- Рецикловый газ – токсичен и огнеопасен
- N_2 – асфиксия.
- Псевдоожоженный слой:
 - Во время флюидизации катализатора псевдоожоженный слой ведет себя как жидкость, что позволяет ей протекать через отверстие.
 - Катализатор очень опасен для глаз и кожи и вызывает сильное раздражение.
 - При выгрузке катализатора использовать изолирующий противогаз + одежда для защиты кожных покровов
- Пар – высокая температура

Безопасность



- Основным показателем безопасности реактора является образование взрывоопасной смеси в нем :
 - Итоговая реакция: $2 \text{HCl} + \text{C}_2\text{H}_4 + \frac{1}{2} \text{O}_2 \rightarrow \text{C}_2\text{H}_4\text{Cl}_2 + \text{HCl}$
 - Взрывоопасная смесь:
 - C_2H_4 и O_2
 - $\text{C}_2\text{H}_4\text{Cl}_2$ и O_2
 - CO и O_2 (CO – побочный продукт реакции, который может накапливаться в рецикловом газе)

Безопасность



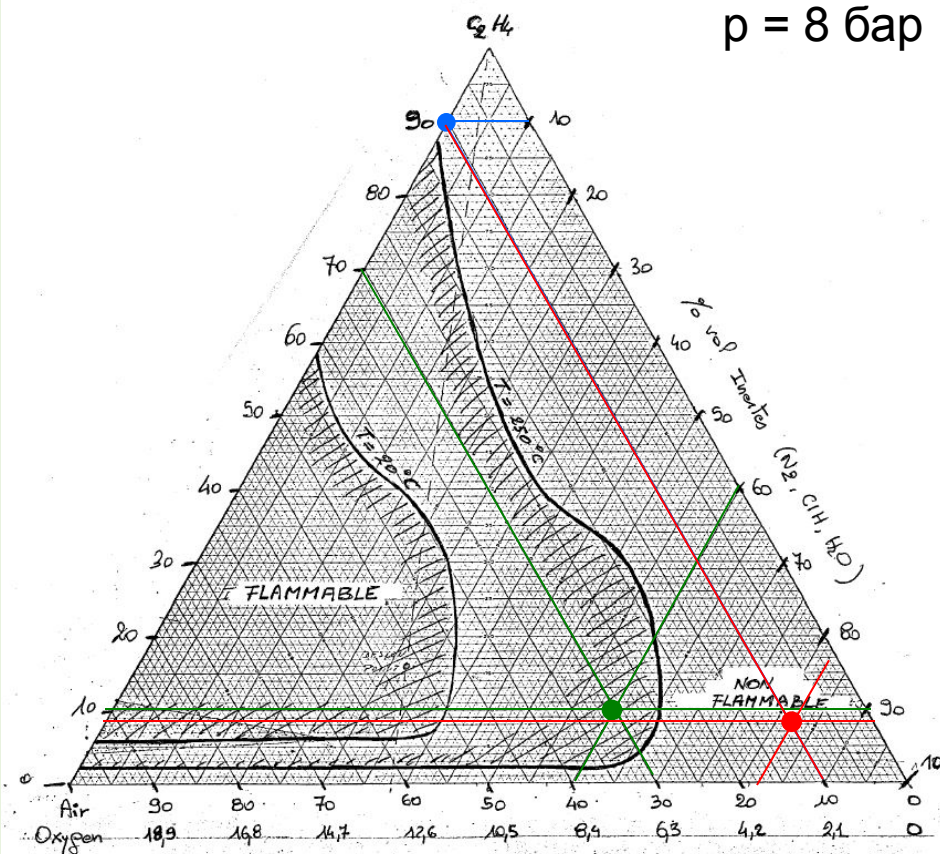


$C_2H_4 = 90 \%$
воздух = 10 %
инерты = 0 %

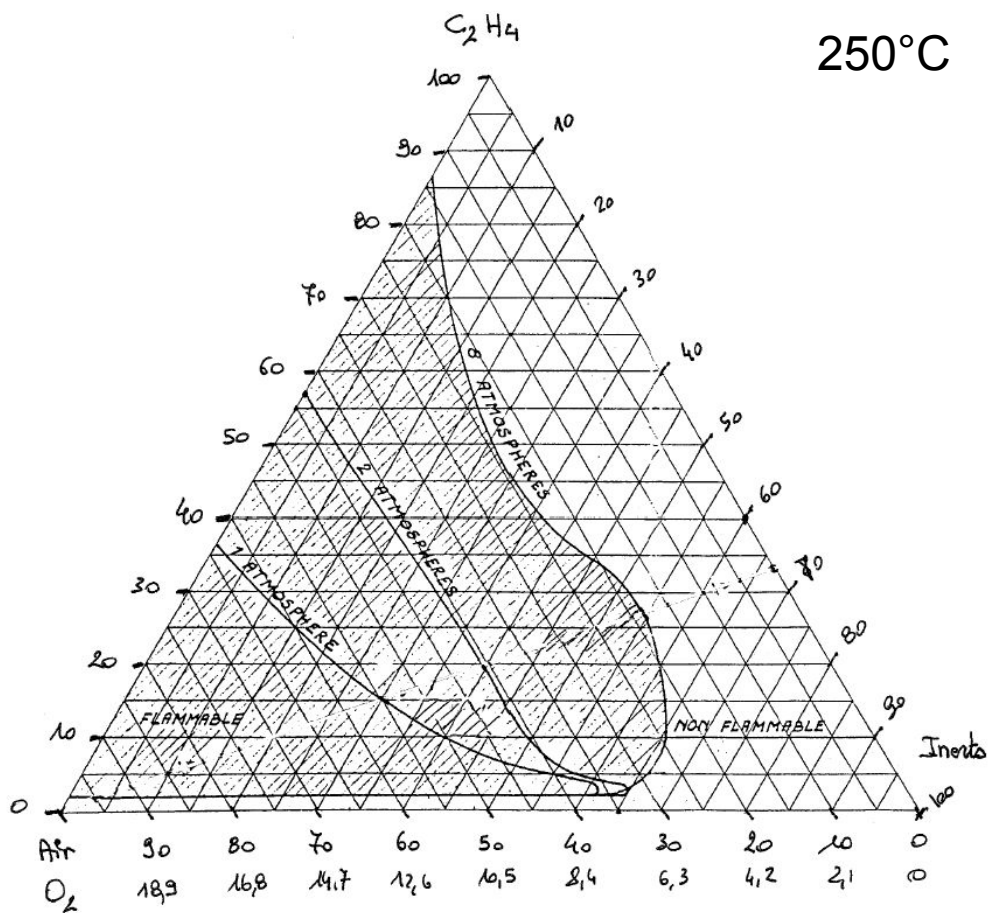
$C_2H_4 = 10 \%$
 $O_2 = 6,3 \%$
 инерты = 60 %

$C_2H_4 = 8 \%$
 $O_2 = 2,1 \%$
 инерты = 82%

$p = 8 \text{ бар}$



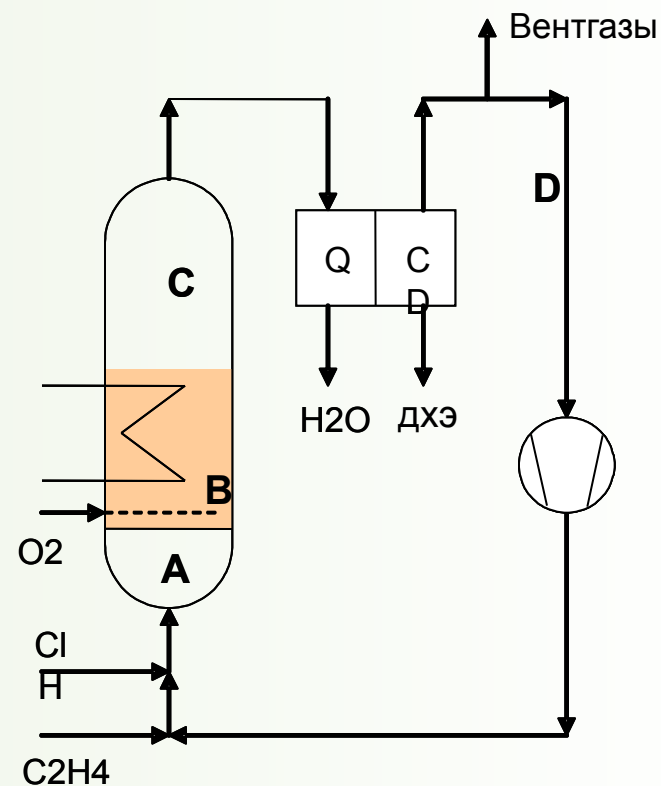
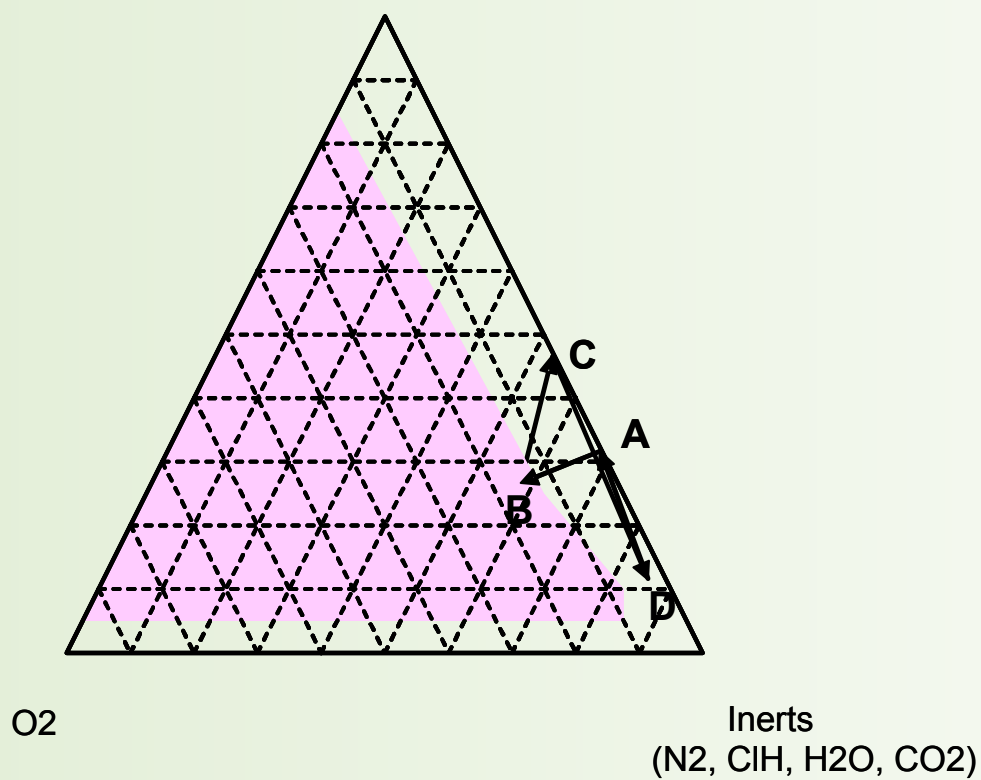
Безопасность



Безопасность



Взрывоопасная смесь (C_2H_4 , CO, ДХЭ)

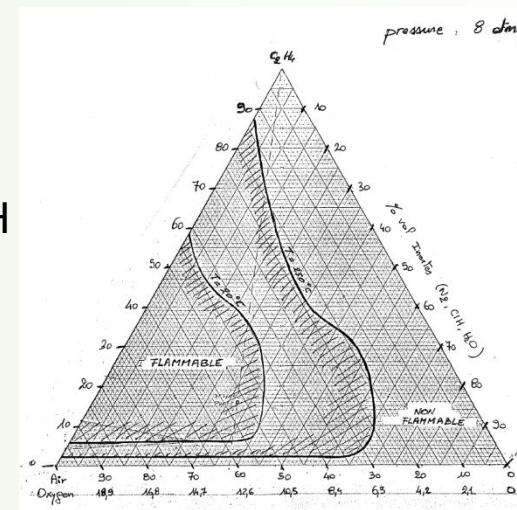


Безопасность



- Причины образования взрывоопасной смеси
 - Ошибка в контроле O_2 : слишком много O_2
 - Ошибка в контроле рециклового газа:
слишком маленький расход рециклового газа
 - Ошибка контроля ClH : слишком маленький расход ClH
 - Отсутствие реакции:
 - Слишком низкая температура реакции
 - Низкая активность катализатора

- Взрывоопасная смесь в рецикловом газе:
 - Примерно 7% O_2
 - Отсечка реактора на 3% O_2
 - Задержка показаний анализатора (анализатор установлен на трубопроводе рециклового газа на входе в реактор)



Безопасность



- Другие риски, влияющие на безопасность:
 - Неконтролируемая реакция
 - Экзотермическая реакция
 - Увеличение температуры приводит к увеличению скорости реакции
 - При отсутствии охлаждающего контура (уменьшение производства пара или его отсутствие в BVX021) увеличится температура реакции, что приведет к резкому увеличению скорости реакции, которая может выйти из под контроля
 - Трубопровод кислорода:
 - Трубопровод должен абсолютно чистым от масла и жира
 - Скорость потока в трубопроводе должна быть не слишком высокой

Безопасность



- Другие риски, влияющие на безопасность:
 - Смесь CLH и H_2O → возможно образование соляной кислоты
 - При температуре ниже точки росы в реакторе
 - В BVX082 всегда присутствует соляная кислота (!)
 - Недостаточная флюидизация катализатора → слипание катализатора
 - Превышение давления в реакторе выше допустимого → потеря катализатора
 - Абразивное действие катализатора → утечка в трубном пучке реактора

Безопасность



■ Неконтролируемая реакция:

- Протекание реакции ниже решетки реактора при условии попадания в эту зону катализатора: опасность местных перегревов и разрушении стенки реактора.
- Рост температуры в реакторе благодаря недостаточному съему тепла на трубном пучке:
 - В случае отсутствия подачи конденсата трубный пучок (пустой BVX021)
 - Закрыт отсечной клапан на выходе конденсата из BVX021 и не работает насос PVX051
- Реакция оксихлорирования – очень экзотермическая реакция. При отсутствии охлаждения температура реакционных газов может быть достигнута 1000°C.
- Псевдооживленный слой способствует распределению тепла и позволяет избежать местных перегревов. Принцип теплопередачи и распределения тепла в реакторе – это основное различие между неподвижным и псевдооживленным слоем. Местные перегревы могут достигать температуры 300°C и объясняются недостаточной флюидизацией (протекание реакции в неподвижном слое).

Безопасность



- Неконтролируемое давление:
 - Разрыв предохранительной мембраны (резкое падение давления).
 - Необъяснимое повышение давления : например, закрытие отсечного клапана на вентгазах. Особый контроль давления осуществляют во время остановки реактора. В этом случае подается азот с большим расходом, который необходимо сбрасывать на свечу!

Безопасность



■ Опасность разрушения оборудования:

- Недостаточный расход воды на водяной закалке → разрушение трубопровода (из-за высокой температуры) и коррозия оборудования.
- Недостаточный расход раствора каустика в щелочной закалке → коррозия оборудования.
- Неполадки в работе компрессора KVX072 (недостаточная смазка и т.д.)
- Недостаточная флюидизация => если псевдоожиженный слой катализатора продувался недостаточным потоком рециклового газа, азота, то через 30 минут катализатор начнет падать на решетку и произойдет его слипание. В этом случае практически невозможно возобновить флюидизацию => **Поле загрузки катализатора в реактор всегда необходим минимальный расход рециклового газа или азота**

Безопасность Оборудование и трубопроводы



- Оборудование и трубопроводы
 - Трубопровод подачи кислорода в реактор
 - Трубопровод подачи ClH , этилена + рециклового газа
 - Трубопровод подачи продувочных газов в реактор
 - Хранилище катализатора и трубопровод загрузки/выгрузки в/из реактора оксихлорирования
 - Реактор оксихлорирования
 - Кислая и щелочная закалка
 - Конденсация газов оксихлорирования
 - Рециркуляционные и вентиляционные несконденсировавшиеся газы

Безопасность Оборудование и трубопроводы

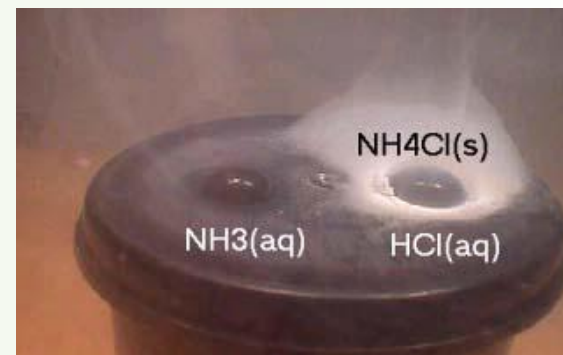


- Трубопровод подачи кислорода в реактор
 - Для поддержания трубопровода O_2 чистым (от катализатора) и для исключения попадания O_2 в трубопровод N_2 необходимо всегда держать небольшой поток N_2 перед подогревателем O_2 начиная с загрузки катализатора в реактор и заканчивая вскрытием реактора для его обслуживания.
 - Необходимо использовать чистый инструмент и одежду во время обслуживания оборудования кислорода.

Безопасность Оборудование и трубопроводы



- C₂H₄, этилен + рецикловый газ, продувочный газ в реактор:
 - Проверка неплотностей на трубопроводах C₂H₄ и рециклового газа и подогревателей с помощью газоанализатора.
 - Проверка неплотностей на трубопроводе C₂H₄ и его подогревателе с помощью раствора аммиака
 - Уравнение реакции: $\text{NH}_4^+ + \text{Cl}^- \rightarrow \text{NH}_4\text{Cl}$



Безопасность Оборудование и трубопроводы



- C₂H₄, этилен + рецикловый газ, продувочный газ в реактор:
 - Перед и после пуска необходимо проверить проходимость через каждую продувочную линию путем открытия байпаса и увеличения общего расхода на продувку по прибору.
 - Регулярно производить проверку через каждую продувочную линию 1 раз в неделю/месяц исходя из личного опыта.

Безопасность Оборудование и трубопроводы



- Хранилище катализатора и трубопровод загрузки/выгрузки в/из реактора оксихлорирования
- Использовать горячий рецикловый газ для загрузки/выгрузки катализатора.
- Использовать респиратор при манипуляциях с катализатором (загрузка и выгрузка по трубопроводам).
- Использовать противогаз и средства индивидуальной защиты (для защиты кожных покровов) при загрузке и выгрузке катализатора, связанной с контактом катализатора.
- Необходимо всегда держать сборник BVX011 под азотом – риск реакции с O_2 из воздуха в случае плохого оксидирования катализатора перед выгрузкой из реактора (в этом случае отсутствует контур охлаждения).

Безопасность Оборудование и трубопроводы



■ Реактор оксихлорирования

- Во время ремонтных работ необходимо проверить реактор на коррозию и эрозию: трубный пучок, распределительное устройство, эрозия термопар, трубопроводы (осмотр со всех сторон). Проверить затяжку болтов и колпачков на решетке.
- Замена предохранительной (разрывной) мембраны
 - первая предохранительная мембрана (со стороны процесса) меняется каждый раз во время ремонтных работ (примерно 1 раз в 2 года).
 - Вторая предохранительная мембрана меняется через остановочный ремонт (примерно 1 раз в 4 года). Или производится перестановка в каждый остановочный ремонт: вторая предохранительная мембрана устанавливается на место первой.

Безопасность Оборудование и трубопроводы



■ Реактор оксихлорирования:

- Поддерживать концентрацию O_2 в рецикловом газе $1\div 2\%$ об. для избежания слипания катализатора. Во время пуска концентрация O_2 может уменьшиться до 0% об. В этом случае для возврата концентрации O_2 необходимо постоянно увеличивать расход O_2 (каждые 5 мин. увеличить расход O_2 на $0,5\div 1\%$). Если концентрация O_2 не возвращается, то это говорит о возможном слипании катализатора.
- В случае отсечки реактора необходимо сразу отсечь поток CLH или C_2H_4 для избежания протекания в нем реакций, слипания катализатора и коррозии реактора.
- В случае отсечки реактора с последующей остановкой компрессора подается максимальный поток N_2 в реактор. В этой ситуации контролируются 2 основных параметра:
 - Расход потока на флюидизацию (N_2)
 - Давление реактора. При увеличении давления в реакторе – открыть ручную клапан на вентгазах.

Безопасность Оборудование и трубопроводы



■ Реактор оксихлорирования:

□ Утечка в трубном пучке реактора:

- Возможный источник утечек: эрозия (см. выше), коррозия (если температура поверхности пучка труб будет ниже 204°C и конверсия $\text{CLH} > 98.5\%$)
- Небольшие утечки очень трудно обнаружить во время работы. Утечка пара в реактор может быть определена по локальному повышению температуры
- При дальнейшем увеличении размера отверстия происходит утечка конденсата и пара в слой катализатора:
 - конверсия CLH будет уменьшаться и концентрация O_2 в рецикловом газе будет увеличиваться
 - во время утечки пара и конденсата в слой катализатора производство пара после BVX021 будет уменьшаться (при расчете баланса производства пара, подачи конденсата и отвода конденсата возникнет несоответствие)
 - произойдет увеличение температуры и паров воды в кислой закалке (утечка 2 т/ч воды (конденсата) приведет к увеличению температуры в BVX082 на 5°C)

Безопасность Оборудование и трубопроводы



■ Кислая и щелочная закалки

- Во время нормальной работы необходимо производить контроль за утечками, потениями и т.п..
- Необходимо всегда вести процесс в BVX083 в границах $7.5 < \text{pH} < 8.5$ для избежания коррозии оборудования, следующего после этого аппарата.
- В случае утечки в кислой закалке или в контуре циркуляции необходимо:
 - Остановить реактор
 - Промыть водой кислую закалку (за счет подвода свежей воды и отвода из BVX082)
 - Провести оксидирование катализатора в реакторе.
 - Понизить в системе давление

Безопасность Оборудование и трубопроводы



■ Рециркуляционные и вентиляционные газы.

- Проверьте, что содержание O_2 , C_2H_4 , CO_2 и CO уменьшилось до 0 % (< 0,3 % об.) – в случае остановке реактора (перед оксидированием катализатора).
- Проверьте, что 3 анализатора кислорода во время оксидирования показывают схожие показания. Такую же проверку необходимо производить при нормальной работе.
- Поддерживать температуру в EVX039 > 0°C, чтобы избежать замерзания трубопроводов и теплообменника.



Вопросы ?? Сомнения ??



