

## 应用案例：邻二甲苯硝化分离工序全程实时在线检测

### 关键词：

过程分析技术 多通道实时在线检测 硝化 分离 邻二甲苯 硝酸

### 应用案例看点：

- 多通道在线检测，实时获取过程物料化学组分含量，有效指导生产
- 针对邻二甲苯硝化工段的原料、硝化及精馏分离等全工序实施在线监测，全程把握过程物料质量信息
- 提高生产安全、环保水平，减少人工取样
- 减少取样及化验室离线分析

### 简介

4-硝基邻二甲苯及3-硝基邻二甲苯是重要的有机合成中间体，也是生产高效、低毒、低残留的新型环保农药的重要原料之一。工业上大部分采用硝硫混酸硝化邻二甲苯的方式合成。邻二甲苯硝化工序中的关键监测指标有硝酸、硫酸比例及一硝化产物异构体比例等。

目前，对于这些重要指标的传统实验室分析方法通常为气相色谱法，该法需要较为繁琐的样品预处理、专业分析技术人员操作。色谱分析时间冗长，检测结果也难以快速地反馈给车间工艺控制人员，导致无法及时确定工艺进度并做出相应工艺控制或调整。因此，生产企业迫切需要一种实时、准确的在线分析手段能够真正帮助指导生产，提高企业生产效率。

**ProcessEye®在线检测系统**因其实时快速、操作简单、无需样品预处理、可实现多组分同时检测等重要特点，正是帮助生产企业解决这一难题的优质工具。本文即以某生产企业的实际实施情况为例，介绍在线检测系统在精细化工生产过程实时监控中的应用。

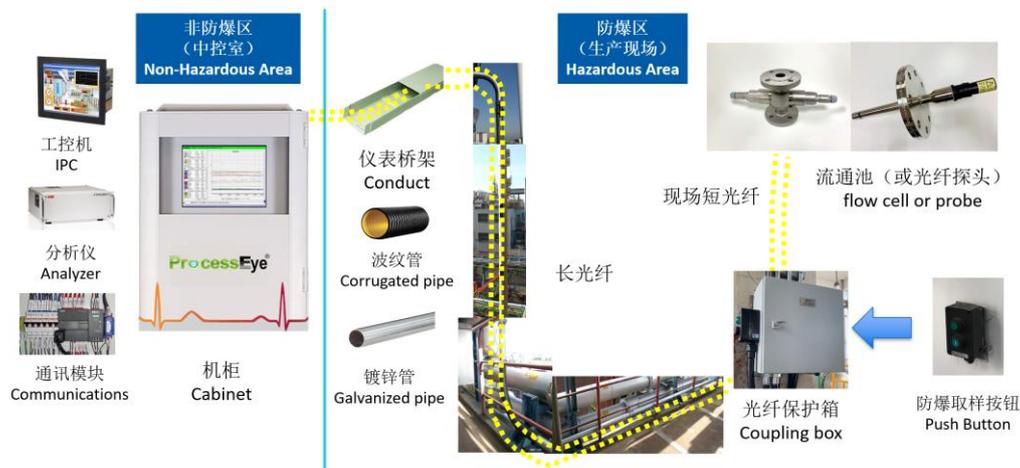


图 1 ProcessEye®-FTNIR 在线检测系统集成平台架构

本案例采用 ProcessEye®-FTNIR 在线检测系统集成平台，主要包括多通道近红外光谱仪、工业计算机、过程通讯模块以及相应的在线安装专用流通池、光纤及取样按钮等现场安装附件（详见图 1）。针对原料、硝化及分离全工序所选的在线检测系统监测点如图 2。主要监测点包括原料管道、酸混合器、硝化分离器出口及精馏塔塔釜（或塔顶）等。

前期建立模型时，在线检测系统 24/7 连续采集各监测点的实时谱图，同时企业车间技术人员每隔一定时间由管路上的取样口取样并按下取样按钮，样品转送至分析实验室采用传统方法测得其各项关键指标含量，作为建模参考值。模型建立并验证完成后，企业生产过程控制系统（DCS）通过 Modbus 协议接收在线检测系统反馈的实时含量测试结果。

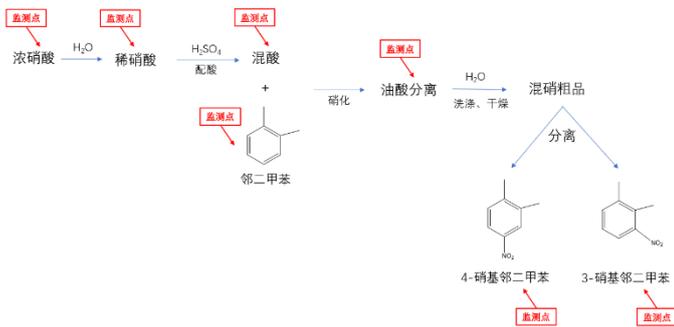
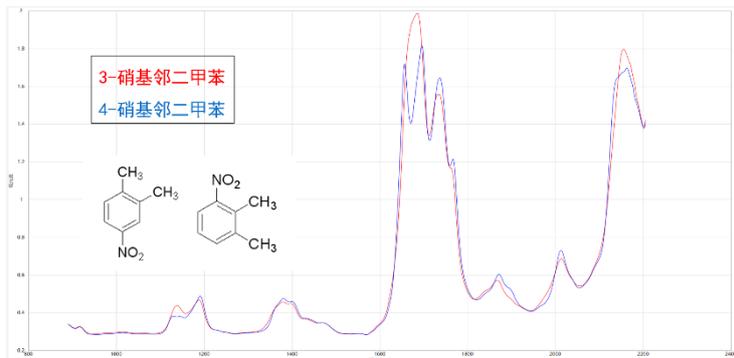


图 2 原料、硝化及分离全工序的在线监测点布置说明

图 3 3-硝基邻二甲苯与 4-硝基邻二甲苯的原始光谱图



### 定量分析模型建立

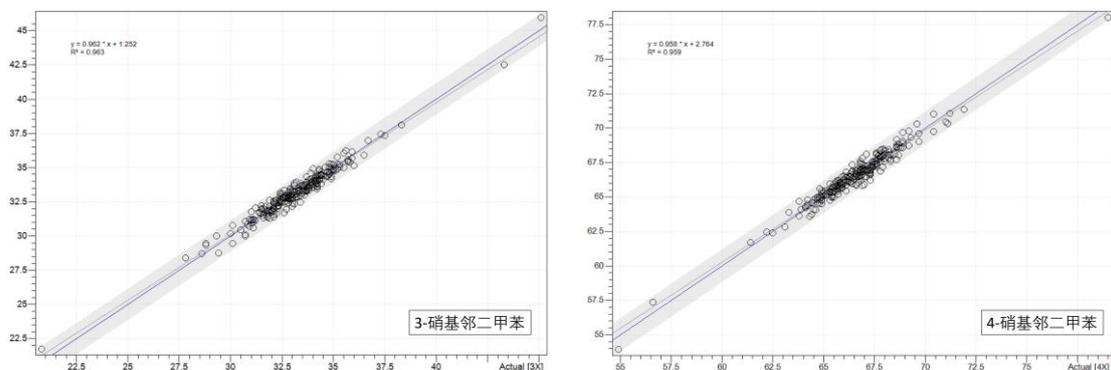


图 4 校正模型相关图（以某监测点的 3-硝基邻二甲苯和 4-硝基邻二甲苯为例）