

2019 年申报浙江省科学技术进步奖

项目推荐公示

一、项目名称:

连续氟氯化关键技术研究及在三氟甲苯系列产品产业化的应用

二、提名单位和提名意见:

提名单位: 东阳市人民政府。

提名意见: 项目开发了以对氯甲苯为原料制备对氯三氟甲苯及其衍生物的关键技术: 对氯甲苯多釜串联的连续光氯化技术、对氯三氟甲苯两塔气液反应和两釜液相反应串联的连续氟化技术、氟化反应尾气回收利用技术, 实现了对氯三氟甲苯系列产品产业化应用, 连续化工艺技术先进。具有光氯化反应可控、氟化反应的氟化氢利用率高、产品收率高、质量好等特点, 在连续光氯化工艺和光源的设计、连续氟化工艺及氟化尾气的资源化利用等方面有较大创新, 拥有自主知识产权, 整体技术处国际先进水平, 其中连续氟化技术处国际领先水平, 项目经济效益显著, 建议推荐为省科技进步奖二等奖。

三、项目简介:

连续氟氯化化工生产技术包括氯化技术和氟化技术, 其是合成含氟烷烃和含氟芳香烃的基础化工技术。含氟芳香烃是一类重要的含氟精细化学品, 其包括三氟甲基苯系列化合物、三氟甲(氧)基苯系列化合物和三氟甲(氧)基吡啶系列化合物是农药、医药、材料和涂料的重要中间体或原材料, 其中三氟甲基苯系列化合物的市场规模最大, 其品种多, 用途广, 全球每年的的需求量在 20 万吨以上, 多数品种市场需求迅速增加, 其市场潜力巨大, 经济效益优良。三氟甲基苯系列物中最基础的化合物是三氟甲苯和对氯三氟甲苯, 它们是制备其它三氟甲苯系列衍生物的基础原料, 每年全球需求量在 10 万吨以上, 且市场需求在不断扩大。目前三氟甲苯和对氯三氟甲苯产品等均为间歇化生产, 生产工艺存在着原料利用率低、生产装备落后、操作控制繁琐、过程不安全、生产效率低、污染排放量大、产品品质差等诸多问题, 缺乏国际竞争力, 增加了环境负担。尤其是生产中产生的氯化盐酸和氟化盐酸, 因其中含有较高浓度的有机物或氟离子, 无法进行综合利用, 只能作为低端盐酸销售, 制约了产品产能, 也限制了副产盐酸的使用范围。随着国家环保法规的健全和环保执法的严格, 副产氯化氢已成为制约氟氯化化工企业生存和发展的瓶颈因素。目前, 浙江省的三氟甲基苯系列产品产量约占全球的 70% 以上, 而本技术应用企业三氟甲基苯系列产品产量占浙江省的 90%, 项目实施后近三年共减少三废排放量 1.6 万吨, 节约标煤 5.3 万吨。

四、第三方评价:

1、科技技术成果评审证书

项目名称: 连续氟氯化关键技术研究及在三氟甲苯系列产品产业化的应用 证书
编号: 浙石协【2018】第 11 号

项目开发了以对氯甲苯为原料制备对氯三氟甲苯及其衍生物的关键技术: 对氯甲苯多釜串联的连续光氯化技术、对氯三氟甲苯两塔气液反应和两釜液相反应串联的连续氟化技术、氟化反应尾气回收利用技术, 实现了对氯三氟甲苯系列产品产业化应用, 连续化工艺技术先进。具有光氯化反应可控、氟化反应的氟化氢利用率高、产品收率高、质量好等特点, 在连续光氯化工艺和光源的设计、连续氟化工艺及氟化尾气的资源化利用等方面有较大创新, 相关技术已获中国发明专利, 整体技术处国际先进水平, 其中连续氟化技术处国际领先水平。

2、产品检测报告

检测单位：浙江省化工产品质量检验站有限公司

检测编号：浙化检字：2018201076；2018200920；2018206091；2018201075；2018206056；2018201063；2018201062

检测结论：受检样品所测项目符合 Q/ZWH 1206-2018；HG/T5278-2017；T/ZZB0715-2018；Q/ZWH 1202-2018；Q/ZWH 1212-2015；Q/ZWH 1210-2018 标准要求。

3、科技查新报告 查新单位：浙江省科技信息研究院

查新报告编号：201833B2112247

查新结论：经比较分析，连续光氯化制备三氯苄化合物，氟氯交换反应的连续化三氯苄生产工艺及含氟化氢尾气的氯化钙吸收处理研究分别已有文献报道。但委托项目进行了以下研究：①采用鼓泡反应和喷淋吸收结合的方式，通过连续光引发氯化反应合成三氯甲基苯类产品；②采用液液氟化反应和气液氟化反应相结合的方式，通过连续氟化反应合成三氟甲基苯类产品；③通过在液相氟化反应中增加塔式或釜式的反应吸收处理步骤，对氟化反应弛放气中氟化氢进行综合利用。除委托单位申请的发明专利（文献 1、10、15，均已授权）外，上述研究内容在所检其他国内外文献中未见述及。

另，委托项目相关实用新型专利“一种用于光催化反应的 LED 灯管”（文献 21）已授权，具有自主知识产权。

五、推广应用、经济效益和社会效益：

1. 推广应用情况：无

2. 经济效益：

年 度	新增销售	新增利润	新增税收
2016 年	37383.79	7085.39	4130.94
2017 年	37492.29	6971.54	4489.73
2018 年	44935.44	8591.14	4624.79
合计	119811.52	22648.07	13245.46

3. 社会效益：

（1）本项目中连续氯化、连续氟化及尾气处理等技术的应用使资源得到综合利用，降低了物料消耗，提高了盐酸的品质，使其达到了工业酸的标准。年节约氯气 1000 多吨，无水氟化氢 800 吨。其次，将氯化反应中的强放热的热量通过导热油的循环使用到液氯汽化和氟化反应中，三年共节约标煤 2520 吨。整个装置的运行极大地降低了污染物的排放量，年减少固废排放量 600 多吨。（根据单耗降低及反应热计算）

（2）本项目工艺的氯化反应、氟化反应都是基础反应过程，其中的串联氯化、氯化尾气的处置对其它有机氯产品的生产都有很大的借鉴意义，相关技术可移植在氯苯、氯化石蜡等大宗化学品的生产过程中。

（3）连续化、自动化的生产装置，稳定反应全过程的工艺操作条件，增加了反应系统的本质安全。减少了现场的操作员工，员工数只需间歇生产时的三分之一。

六、主要知识产权证明目录：

序号	专利名称	发明人	专利号
1	一种连续光引发氯化反应合成对氯三氯苄的工业化方法	吴江伟、刘国平、陈静华、卜鲁周、王国荣、	ZL201210419869.0

		王国斌、李俊奇	
2	一种连续氟化反应合成三氟甲基苯类产品的工业化方法	吴江伟、刘国平、马伟文、卜鲁周、王国荣、张泉泉、周洪钟	ZL201210419882.6
3	一种生产 3,4,5-三氯三氟甲苯的副产物 2,4,5-三氯三氟甲苯的综合利用方法	陈静华、张增兴、李俊奇、张泉泉、赵红英、周海波、常绚超	ZL201710108472.2

七、代表性论文、专著目录：无

八、项目完成人员情况：

该项目由陈静华、马伟文、吴江伟、王国斌、李俊奇、常绚超、周智伟共同完成。

陈静华：排名第 1 完成人，技术总工，高级工程师，创造性贡献：在该项技术研发工作中投入的工作量占本人工作总量的 60%以上，支撑材料：授权发明专利(1)一种连续光引发氯化反应合成对氯三氯苄的工业化方法(ZL201210419869.0)，列第 3 位；(3)一种生产 3,4,5-三氯三氟甲苯的副产物 2,4,5-三氯三氟甲苯的综合利用方法(ZL201710108472.2)列第 1 位。工作单位：浙江巍华新材料股份有限公司。

马伟文：排名第 2 完成人，技术副总，高级工程师，创造性贡献：在该项技术研发工作中投入的工作量占本人工作总量的 70%以上，支撑材料：授权发明专利(2)，一种连续氟化反应合成三氟甲基苯类产品的工业化方法(ZL201210419882.6)，列第 3 位。工作单位：浙江巍华新材料股份有限公司。

吴江伟：排名第 3 完成人，工程师，创造性贡献：在该项技术研发工作中投入的工作量占本人工作总量的 60%以上，支撑材料：授权发明专利(1)一种连续光引发氯化反应合成对氯三氯苄的工业化方法(ZL201210419869.0)，列第 1 位；(2)一种连续氟化反应合成三氟甲基苯类产品的工业化方法(ZL201210419882.6)列第 1 位。工作单位：浙江巍华新材料股份有限公司。

王国斌：排名第 4 完成人，工程师，连续氯化车间主任。创造性贡献：在该项技术研发工作中投入的工作量占本人工作总量的 70%以上，支撑材料：授权发明专利(1)一种连续光引发氯化反应合成对氯三氯苄的工业化方法(ZL201210419869.0)，列第 6 位。工作单位：浙江巍华新材料股份有限公司。

李俊奇：排名第 5 完成人，工程师，研发中心主任。创造性贡献：在该项技术研发工作中投入的工作量占本人工作总量的 80%以上，支撑材料：授权发明专利(1)一种连续光引发氯化反应合成对氯三氯苄的工业化方法(ZL201210419869.0)，列第 7 位；(3)一种生产 3,4,5-三氯三氟甲苯的副产物 2,4,5-三氯三氟甲苯的综合利用方法(ZL201710108472.2)列第 3 位。工作单位：浙江巍华新材料股份有限公司。

常绚超：排名第 6 完成人，工程师，创造性贡献：在该项技术研发工作中投入的工作量占本人工作总量的 60%以上，支撑材料：授权发明专利(3)一种生产 3,4,5-三氯三氟甲苯的副产物 2,4,5-三氯三氟甲苯的综合利用方法(ZL201710108472.2)，列第 7 位。工作单位：浙江巍华化工有限公司。

周智伟：排名第 7 完成人，工程师，连续氟化车间主任。创造性贡献：在该项技术研发工作中投入的工作量占本人工作总量的 70%以上。工作单位：浙江巍华新材料股份有限公司。

九、完成人合作关系说明：

陈静华:本项目完成人均为本人为负责人的连续氟氯化关键技术研究及在三氟甲苯系列产品产业化的应用技术总工,项目开发期间都在浙江巍华化工有限公司工作。是本项目 2 项授权发明专利人。

马伟文作为项目排序第二的完成人,在本项目的研发负责具体的连续光氯化 and 连续氟化工程设计及设备选材、选型,包括各个主要反应釜和塔的设计、选材选型;光氯化工艺中氯气布气的设计、LED 灯管的安装、分布等关键技术有突出贡献。是本项目 1 项授权发明专利人。

吴江伟作为项目排序第三的完成人。为主负责负责连续自动化生产的 DCS 控制系统的建设,对自动化仪器、设备进行选购,对关键的光氯化反应的光源装置进行了创造性改进。是本项目 2 项授权发明专利人。

王国斌作为项目排序第四的完成人。为主负责负责车间现场试验方案的组织、实施,确定具体每道反应工序的操作流程、控制参数;通过试车最终确定了每只釜氯气和氟化氢的进料量、每只釜反应控制参数、物料反应程度参数等工艺参数指标。是本项目 1 项授权发明专利人。

李俊奇作为项目排序第五的完成人。对本项目的小试和中试,积累分析实验数据,为项目的工程设计提供数据参数支持。是本项目 2 项授权发明专利人。

常绪超作为项目排序第六的完成人。对本项目产品质量的调研,建立了反应中控检测分析方法和最终产品质量的分析项目及相应的技术指标和分析方法。是本项目 1 项授权发明专利人。

周智伟作为项目排序第七的完成人。对本项目负责车间试车方案的实施,及时将试车问题和结果向上反馈,对 LED 灯管、氯气分布器等装置的安装提出了实用性的解决方法;参与了每道工序操作流程和控制参数的确立。

十、主要完成单位:

浙江巍华化工有限公司。排名: 1

对本项目的支撑作用:我公司针对三氟甲苯系列产品生产中存在的原料利用率低,生产效率低、能耗高、生产装备落后、生产工艺隐患多、副产盐酸质量不高等一系列问题;企业组织项目的立项、实施和技术鉴定工作;组织技术攻关团队,利用公司现有的实验室和器材进行项目的小试和中试,同时新建自动化车间 1 幢进行试车和生产;为项目研发和生产提供原材料、技术支持和后勤保障;产品经客户使用并争取批量生产订单及进一步开拓专业市场。

十一、知情同意证明:

我公司的发明专利“一种连续光引发氯化反应合成对氯三氯苄的工业化方法”等 3 项发明专利,专利发明人同意将该以下专利用于“连续氟氯化关键技术研究及在三氟甲苯系列产品产业化的应用”项目申报 2019 年浙江省科学技术进步二等奖。

专利名称:一种连续光引发氯化反应合成对氯三氯苄的工业化方法;专利号:ZL201210419869.0;专利发明人:吴江伟、刘国平、陈静华、卜鲁周、王国荣、王国斌、李俊奇;专利权人:浙江巍华化工有限公司。

专利名称:一种连续氟化反应合成三氟甲基苯类产品的工业化方法;专利号:ZL201210419882.6;专利发明人:吴江伟、刘国平、马伟文、卜鲁周、王国荣、张泉泉、周洪钟;专利权人:浙江巍华化工有限公司。

专利名称:一种生产 3,4,5-三氯三氟甲苯的副产物 2,4,5-三氯三氟甲苯的综合利用方法;专利号:ZL201710108472.2;专利发明人:陈静华、张增兴、李俊奇、

张泉泉、赵红英、周海波、常绚超；专利权人：浙江巍华化工有限公司。

“连续氟氯化关键技术研究及在三氟甲苯系列产品产业化的应用”项目完成人员：陈静华、马伟文、吴江伟、王国斌、李俊奇、常绚超、周智伟；完成单位：浙江巍华化工有限公司。

申请报奖牵涉到的发明专利、发明人、完成人。（签字页详见附件）

完成人姓名	手机号码	发明人姓名	手机号码
陈静华	13505891491	卜鲁周	13906793593
马伟文	13605724587	刘国平	13575994843
吴江伟	13605725833	王国荣	13806777587
王国斌	18757819627	周洪钟	13505898890
李俊奇	15252937361	张增兴	13575994400
常绚超	13605725666	赵红英	13868935989
周智伟	13752935996	周海波	13857931121
张泉泉	13735638139		

联系人：常绚超

联系电话：13605725666

浙江巍华化工有限公司
二〇一九年十二月二日