

ICS 71.080.50
CCS G 17

团 体 标 准

T

T/TMAC ×××—202X

顺酐法 BDO 生产技术规范

Technical specifications for the production of BDO by
maleic anhydride process

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

已授权的专利证明材料为专利证书复印件或扉页，已公开但尚未授权的专利申请证明材料为专利公开通知书复印件或扉页，未公开的专利申请的证明材料为专利申请号和申请日期。

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中国技术市场协会 发布

中国技术市场协会（TMAC）是科技领域内国家一级社团，以宣传和促进科技创新，推动科技成果转移转化，规范交易行为，维护技术市场运行秩序为使命。为满足市场需要，做大做强科技服务业，依据《中华人民共和国标准化法》《团体标准管理规定》，中国技术市场协会有序开展标准化工作。本团体成员和相关领域组织及个人，均可提出修订 TMAC 标准的建议并参与有关工作。TMAC 标准按《中国技术市场协会团体标准管理办法》《中国技术市场协会团体标准工作程序》制定和管理。TMAC 标准草案经向社会公开征求意见，并得到参加审定会议多数专家、成员的同意，方可予以发布。

在本文件实施过程中，如发现需要修改或补充之处，请将意见和有关资料反馈至中国技术市场协会，以便修订时参考。

本作品著作权归中国技术市场协会所有。除了用于国家法律或事先得到中国技术市场协会正式授权或许可外，不许以任何形式复制本文件。第三方机构依据本文件开展认证、评价业务，须向中国技术市场协会提出申请并取得授权。

中国技术市场协会地址：北京市海淀区复兴路甲 23 号城乡大厦 12 层 1217—1223。

邮政编码：100036 电话：010-68270447 传真：010-68270453

网址：www.ctm.org.cn 电子信箱：136162004@qq.com

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 工作要求	1
4.1 环境要求	1
4.2 人员要求	2
4.3 设备要求	2
5 工作方法	3
5.1 工作目的	3
5.2 工作流程	3
6 工作步骤	3
6.1 催化剂选择	3
6.2 反应条件设置	3
6.3 原料准备	3
6.4 反应设备选择	3
6.5 加氢反应	4
6.6 分离提纯	4
6.7 产品收集	4
7 技术要求	4
8 检测方法	5

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国技术市场协会归口。

本文件起草单位：常州市瑞华化工工程技术股份有限公司、山东海成石化工程设计有限公司、北京通标华信技术服务有限公司等。

本文件主要起草人：徐志刚、杜洋、乐志斌等。

顺酐法 BDO 生产技术规范

1 范围

本文件规定了顺酐法1,4-丁二醇（BDO）生产的工作要求、工作方法、技术要求、检测方法等内容。本文件适用于以顺酐为原料，通过催化加氢反应生产BDO的工业装置设计、运行、操作与维护管理。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 150.1 压力容器 第1部分：通用要求
- GB 2890 呼吸防护 自吸过滤式防毒面具
- GB 2894 安全标志及其使用导则
- GB/T 3634.1 氢气 第1部分：工业氢
- GB/T 3676 工业用顺丁烯二酸酐
- GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB 8978 污水综合排放标准
- GB 15603 危险化学品仓库储存通则
- GB 16297 大气污染物综合排放标准
- GB/T 18940 封闭管道中气体流量的测量 涡轮流量计
- GB 24541 手部防护 机械危害防护手套
- GB/T 24768 工业用1,4-丁二醇
- GB/T 26114 液体过滤用过滤器 通用技术规范
- GB/T 30176 液体过滤用过滤器 性能测试方法
- GB/T 38521 气体分析 纯度分析和纯度数据的处理
- GB/T 44374 加压流体萃取仪性能的测定方法
- GB 50058 爆炸危险环境电力装置设计规范(附条文说明)
- GB 50140 建筑灭火器配置设计规范
- GB 50169 电气装置安装工程 接地装置施工及验收规范
- HG/T 5529 甲醇制氢催化剂
- JJG 52 弹性元件式一般压力表、压力真空表和真空表
- SH 3046 石油化工立式圆筒形钢制焊接储罐设计规范(附条文说明)

3 术语和定义

GB/T 24768中界定的术语和定义适用于本文件。

4 工作要求

4.1 环境要求

4.1.1 通风要求

生产区域应配备机械通风装置，换气次数 ≥ 12 次/h，高危操作区域采用局部排风系统，排风罩风速 ≥ 0.5 m/s。

4.1.2 环境温度

生产车间环境温度应控制在 $10^{\circ}\text{C} \sim 35^{\circ}\text{C}$ 之间，避免温度波动影响设备运行。

4.1.3 环境湿度

相对湿度应控制在30%~70%范围内，防止原料吸湿及设备腐蚀。

4.1.4 防火措施

4.1.4.1 生产区域应使用防火材料装修，耐火等级 ≥ 2 级，并配备符合GB 50140相关规定的灭火器材，灭火器类型为干粉或二氧化碳。

4.1.4.2 氢气储存区与生产区距离应 ≥ 30 m，并设有防火隔离墙。

4.1.5 防爆措施

生产车间和储存区域应满足GB 50058的防爆要求，所有电气设备采用防爆型设计，防爆等级 $\geq \text{Ex d IIB T4}$ ，配备静电接地装置，接地电阻 $\leq 10 \Omega$ 。

4.1.6 噪声控制

车间内噪声水平应 ≤ 85 dB(A)，必要时操作人员应佩戴降噪耳罩。

4.1.7 废气处理

反应尾气应经冷凝、吸收装置处理后排放，排放浓度应满足GB 16297的相关要求。

4.1.8 废水管理

生产废水应经中和及生化处理后排放，水质应满足GB 8978的相关要求。

4.1.9 安全标识

所有区域应设置明显的安全标识，符合GB 2894的相关规定。

4.2 人员要求

4.2.1 专业要求：操作人员应掌握化学工程、环境工程或其他相关领域的专业知识。

4.2.2 资质要求：操作人员应取得化学工程等相关行业的资质合格证书，并具备至少2年的化工生产或相关领域的工作经验，熟悉顺酐法BDO生产工艺流程。

4.2.3 培训要求：操作人员应通过生产工艺、安全操作、事故应急处理等专项培训，考试合格后方可上岗，且每年接受不少于24小时的再培训，确保技术和安全知识的更新。

4.2.4 操作要求：操作人员应熟练掌握设备的启停操作、紧急停机处理和日常维护技能，能够独立完成催化剂装填、更换及反应条件调节等相关操作。

4.2.5 防护要求：上岗前操作人员应佩戴符合GB 2890规定的防护口罩和防护眼镜，并穿戴符合GB 24541规定的防静电、防化学腐蚀的工作服及耐酸碱手套。

4.3 设备要求

顺酐法BDO生产技术的设备要求，详见表1。

表1 顺酐法BDO生产设备要求

设备类型	校准与检定要求	精度要求
反应器	每年校准一次	能承受温度 $\geq 200^{\circ}\text{C}$ ； 压力 ≥ 30 MPa；
氢气流量计	每6个月检定一次，满足GB/T 18940的相关要求	测量范围 $50\text{Nm}^3/\text{h} \sim 500 \text{Nm}^3/\text{h}$ ； 精度 $\pm 1.0\%$
压力表	每6个月检定一次，满足JJG 52的相关要求	测量范围 $0\text{MPa} \sim 40\text{MPa}$ ； 精度 $\pm 0.25\%$
冷凝塔	每年进行一次设备完整性检查，满足GB 150.1的相关要求	换热效率 $\geq 90\%$
溶剂萃取装置	每年检定，满足GB/T 44374的相关要求	萃取效率 $\geq 90\%$ ； 溶剂损失率 $\leq 5\%$

设备类型	校准与检定要求	精度要求
气体回收装置	每6个月检定一次，满足GB/T 3634.1的相关要求	气体分离精度 $\geq 98\%$
储存罐	每年进行泄漏测试，满足SH 3046的相关要求	密封性能良好，设计温度 $5^{\circ}\text{C} \sim 30^{\circ}\text{C}$ ；相对湿度 $\leq 70\%$
静电接地装置	每6个月检测一次接地电阻，满足GB/T 50169的相关要求	接地电阻 $\leq 10\ \Omega$

5 工作方法

5.1 工作目的

5.1.1 高效利用原料

通过催化加氢反应，将顺酐高效转化为BDO，最大限度地提高原料利用率。

5.1.2 生产高纯度BDO产品

确保产品纯度 $\geq 99.5\%$ ，满足下游化工、塑料、纺织等领域的使用要求。

5.1.3 优化生产过程

采用先进的催化剂和优化的工艺条件，提升反应的选择性和转化率，减少副产物生成，降低生产成本。

5.1.4 实现绿色生产

通过回收未反应的氢气和其他副产物，减少废气、废液的排放，推动可持续发展。

5.2 工作流程

顺酐法BDO生产技术的工作流程，如图1所示。

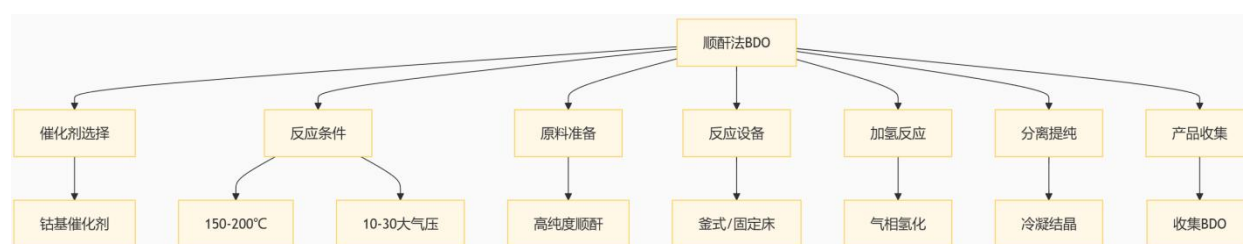


图1 顺酐法BDO生产技术工作流程

6 工作步骤

6.1 催化剂选择

选择钴基催化剂，催化剂活性要求在反应条件下能够维持 $\geq 90\%$ 的转化率和 $\geq 95\%$ 的选择性。

6.2 反应条件设置

6.2.1 反应温度： $150^{\circ}\text{C} \sim 200^{\circ}\text{C}$ 。

6.2.2 反应压力： $10\text{MPa} \sim 30\text{MPa}$ 。

6.2.3 氢气流量： $50\text{Nm}^3/\text{h} \sim 500\text{Nm}^3/\text{h}$ ，具体数值应根据反应速率和催化剂的要求进行调整。

6.3 原料准备

6.3.1 使用高纯度顺酐（纯度 $\geq 99\%$ ）作为反应原料。

6.3.2 检查顺酐的杂质含量 $\leq 0.1\%$ ，防止杂质对催化剂的中毒或反应选择性造成不良影响。

6.4 反应设备选择

6.4.1 采用釜式反应器或固定床反应器。

6.4.2 检查反应器的完整性和清洁度,确保反应器完整、无泄漏,能够承受 $\geq 200^{\circ}\text{C}$ 和30MPa的压力,且具备良好的混合和热交换性能。

6.4.3 安装和调试反应器及其附属设备。

6.5 加氢反应

6.5.1 将顺酐和氢气按1:2~1:4的比例送入反应器,按设定的温度、压力进行反应。

6.5.2 在钴基催化剂作用下进行气相氢化反应,确保催化剂充分接触反应物,反应时间控制在6~12小时内。

6.5.3 反应过程中氢气流量应每2h检测并调整一次,且根据催化剂的活性和反应速率适时调整。

6.6 分离提纯

6.6.1 反应后,将反应混合物通过冷凝、结晶等方法进行初步分离。

6.6.2 根据反应混合物的组成和沸点确定冷凝温度,控制在 50°C ~ 100°C 之间。

6.6.3 根据BDO的溶解度曲线确定结晶温度,控制在 0°C ~ 20°C 之间。

6.6.2 通过冷凝塔将气相中的氢气和溶剂分离,回收未反应的氢气,氢气回收率应 $\geq 95\%$ 。

6.6.3 使用溶剂萃取、结晶、精馏等步骤进一步提纯BDO,确保BDO纯度 $\geq 99.5\%$,去除副产物和残余溶剂。

6.7 产品收集

6.7.1 对提纯后的BDO进行质量检测。

6.7.2 将合格的BDO产品收集、冷却,并存储在密封容器中,防止挥发和污染,存储温度 $\leq 30^{\circ}\text{C}$,相对湿度 $\leq 70\%$ 。

7 技术要求

顺酐法BDO生产的技术要求,详见表2。

表2 顺酐法BDO生产技术要求

工作环节	技术要求
催化剂选择	催化剂类型: 钴基催化剂; 催化剂活性: 在反应条件下维持 $\geq 90\%$ 的转化率和 $\geq 95\%$ 的选择性
反应条件设置	反应温度: 150°C ~ 200°C ; 反应压力: 10MPa~30MPa; 氢气流量: $50\text{Nm}^3/\text{h}$ ~ $500\text{Nm}^3/\text{h}$
原料准备	顺酐纯度 $\geq 99\%$; 顺酐的杂质含量 $\leq 0.1\%$;
反应设备选择	反应器类型: 釜式反应器或固定床反应器; 反应器完整性: 无泄漏,能够承受 $\geq 200^{\circ}\text{C}$ 和30MPa的压力; 清洁度: 反应器内部无残留物和杂质; 混合和热交换性能: 良好,确保反应物均匀混合和热量有效传递
加氢反应	反应物比例: 顺酐与氢气按1:2~1:4的化学计量比送入反应器; 反应温度: 维持在 150°C ~ 200°C 反应压力: 维持在10MPa~30MPa; 反应时间: 6h~12h; 氢气流量调整: 每2h检测并调整一次,且根据催化剂的活性和反应速率适时调整
分离提纯	冷凝温度: 50°C ~ 100°C 之间,具体温度根据反应混合物的组成和沸点确定;

工作环节	技术要求
	结晶温度：0℃~20℃之间，具体温度根据BDO的溶解度曲线确定； 氢气回收率≥95%（通过冷凝塔分离并回收未反应的氢气）； 提纯步骤：溶剂萃取、结晶、精馏等，确保BDO纯度≥99.5%，去除副产物和残余溶剂
产品收集	质量检测：对提纯后的BDO进行纯度、水分、酸度等质量检测； 存储条件：将合格的BDO产品冷却至室温，并存储在密封容器中，防止挥发和污染； 存储温度≤30℃，相对湿度≤70%

8 检测方法

顺酐法BDO生产技术的检测方法，详见表3。

表3 顺酐法BDO生产技术检测方法

检测项目	检测标准
催化剂选择	HG/T 5529
顺酐纯度	GB/T 3676
顺酐杂质含量	GB/T 3676
BDO 纯度	GB/T 24768
BDO 水分	GB/T 6283
反应设备选择	GB/T 150.1
反应压力	JJG 52
氢气流量	GB/T 18940
反应器压力容限	GB/T 150.1
反应器清洁度	GB/T 26114 GB/T 30176
加氢反应	GB/T 6678
氢气回收率	GB/T 3634.1 GB/T 38521
产品存储条件	GB 15603
注：本表格中有两个检测标准的，以第一个检测标准为主。	