

ICS

CCS 点击此处添加 CCS 号



山东装备制造业协会团体标准

T/XXX XXXX—XXXX

高纯度醋酸酐绿色裂解工艺关键技术及装 备规范

点击此处添加标准名称的英文译名

草案版次选择

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。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

山东省装备制造业协会 发布

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。

本文件由××××提出。

本文件由××××归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

高纯度醋酸酐绿色裂解工艺关键技术及装备规范

1 范围

本文件规定了高纯度醋酸酐绿色裂解工艺的工艺实施和装备要求。
本文件适用于高纯度醋酸酐生产。

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 18597 危险废物贮存污染控制标准

GB/T 10668-2000 工业乙酸酐

GB/T 31962 污水排入城镇下水道水质标准

3 术语和定义

请选择适当的引导语

4 工艺实施

4.1 实施要求

4.1.1 原料要求

应使用符合GB/T 1628-2008《工业用冰乙酸》中规定的合格品及以上等级的原料。具体质量指标见表1：

表1 工业冰乙酸质量指标

项目	指标		
	优等品	一等品	合格品
色度/Hazen单位（铂-钴色号）≤	10	20	30
乙酸的质量分数≥	99.8	99.5	98.5
水的质量分数 / %≤	0.15	0.20	--
甲酸的质量分数 / %≤	0.05	0.10	0.30
乙醛的质量分数 / %≤	0.03	0.05	0.10
蒸发残渣的质量分数 / %≤	0.01	0.02	0.03
铁的质量分数（以 Fe 计） / % ≤	0.000 04	0.000 2	0.000 4
高锰酸钾时间 / min≥	30	5	--

4.1.2 设备要求

- 4.1.2.1 需要负压操作的设备，应使用真空机进行抽负压操作。
4.1.2.2 冷却器应使用符合要求的冷冻水。

4.1.3 能源要求

- 4.1.3.1 生产所需要的能源主要包含：电力、蒸汽、焦炉煤气。
4.1.3.2 加强能源基础设施建设，确保能源持续供应。

4.1.4 废物处理要求

4.1.4.1 废气排放处理方式和要求

- 4.1.4.1.1 污染物来源主要污染物见表2。

表2 项目污染物及来源

污染物排来源	主要污染物
裂解反应器烟道气	NO _x , SO ₂ , 烟尘
精馏系统不凝气	醋酸
回收系统不凝气	醋酸
罐区系统不凝气	醋酸

4.1.4.1.2 污染物主要处理方式：

- 裂解副反应产生的一氧化碳、二氧化碳、甲烷以及精馏系统、回收系统产生的醋酸不凝气等废气送入裂解反应器回收热量符合排放标准后排空。
- 罐区系统产生的醋酸不凝气进入水洗塔水洗，洗掉酸、酯气体，符合排放标准后排放至大气中。

问题：排空和排放到大气中有区别吗？

4.1.4.2 废水排放处理方式和要求

- 4.1.4.2.1 主污染物及排放应符合 GB/T 31962 的要求。

4.1.4.2.2 废水主要处理方式：

- 脱水塔排放的废水放入废水罐暂存，通过废水泵输送至污水中和池；
- 装置内废水和雨水通过环形地沟收集至收集池，通过潜水泵输送至污水中和池。

4.1.4.3 固废排放处理方式和要求

精馏残渣贮存应符合GB 18597的要求，暂存的地点应采取防雨、防风、防火措施，选择具备危险废物处置资质的外包方处理。

4.2 实施步骤

4.2.1 原材料处理

醋酸进入裂解反应器前，应通过醋酸汽化器对醋酸进行汽化操作，将液体醋酸转变为醋酸蒸汽，醋酸蒸汽在裂解反应器中通过高温、负压的环境下，发生裂解反应生成乙烯酮和水。

4.2.2 裂解反应

4.2.2.1 裂解系统控制

裂解系统控制要求见表3。

表3 裂解系统控制要求

描述	单位	控制范围
裂解反应器醋酸进料量控制	Nm ³ /h	0-750

裂解中部炉膛压力	pa	0~100
裂解反应器裂解气出口温度	℃	640~710
裂解反应器炉膛氧含量	%	3~5
裂解反应器炉底压力	Pa	>-300
第四冷却器出口温度	℃	≤10
稀酸罐液位	%	20~90

4.2.2.1.1 裂解反应器醋酸进料量控制

醋酸蒸汽进料量由质量流量计检测，与调节阀组成单回路，保持醋酸蒸汽流量稳定。检测值高于设定值时，调节阀开度调小；检测值低于设定值时，调节阀开度调大，异常情况处理见表4。。

表4 异常情况处理

现象	影响因素	处理方法	后果分析
流量增大	汽化器压力升高 系统真空度升高	1、调整汽化器压力至正常 2、调整进料阀，降低流量至正常	影响裂解反应
流量降低	1. 汽化器压力降低 2. 系统真空度下降 3. 进料调节阀堵塞 4. 催化剂混合器堵塞	1. 调整汽化器压力至正常 2. 调整真空泵回流，提高真空度 3. 清理调节阀阀座 4. 停炉清理混合器	影响裂解反应

4.2.2.1.2 裂解反应器中部炉膛压力的控制

控制范围：-20~-80pa 按哪个数值？表里的还是这个？

控制目的：确保燃烧器正常燃烧，维持较高的燃烧效率及热量利用率。

相关控制参数：燃气用量的大小，烟道挡板开度，风量的大小，炉体的密封性，看火孔开度。

通过调节烟道挡板的开度，调节炉膛压力。压力上升，开大挡板开度；压力下降，减小挡板开度，异常情况处理要求见表5。

表5 异常情况处理

现象	影响因素	处理方法	后果分析
压力升高	1、烟道挡板开度过大小 2、炉膛密封性不好 3、炉体看火门被打开 4、风量过大 5、燃烧器熄灭	1、开大烟道挡板 2、检查密封性 3、通知现场检查，并关闭 4、关小风量 5、关闭燃气阀门，通风置换。	浪费燃气，影响裂解反应。
压力降低	烟道挡板开度过大	关小烟道挡板	燃气燃烧不充分

4.2.2.2 裂解反应器裂解气出口温度的控制

燃气量由流量计检测，与调节阀组成单回路，保持流量稳定。

稳定后与裂解反应器出口温度温度传感器组成串级控制。

检测值高于设定值时，调节阀开度调小；检测值低于设定值时，调节阀开度调大，异常情况见表6。

表6 异常情况处理

现象	影响因素	处理方法	后果分析
温度升高	1、燃气压力升高 2、醋酸进料量减少 3、裂解尾气烧嘴投用	1、调整燃气压力至正常范围 2、提高醋酸进料量，减少燃气用量 3、及时减小燃气用量	影响裂解反应

	4、催化剂加入量减少 5、炉膛温度升高	4、调整催化剂量至正常 5、降低炉膛温度至正常	
温度降低	1、醋酸进料量增大 2、燃料气压力降低 3、燃烧器熄灭 4、裂解尾气烧嘴熄灭 5、燃气鼓风机故障 6、燃气供应中断	1、调整进料量至正常，适当提高炉膛温度。 2、提高燃料气压力 3、关闭燃气阀门，通风置换。 4、检查尾气烧嘴，关闭阀门，清理管道 5、启动备用机 6、关闭燃气阀门，关闭长明灯阀门，系统停车处理	影响裂解反应

4.2.2.3 裂解反应器炉膛氧含量的控制

鼓风风量由流量计检测，通过调节调节阀控制风量的大小调节炉膛氧含量。风量与裂解的含氧量组成单回路。正常氧含量（体积分数）为3~5%。检测值低于3%时，调节阀开度调大，增加风量；检测值高于5%时，调节阀开度调小，减少风量，异常情况处理要求见表7。

表7 异常情况处理

现象	影响因素	处理方法	后果分析
氧含量升高	燃烧器熄灭 看火门打开 炉底视镜破损漏风	1、关闭燃气阀门，关闭长明灯阀门，系统停车处理 2、检查现场，关闭看火门 3、更换视镜玻璃	影响燃烧
氧含量降低	鼓风机故障停机 空气调节阀故障关闭 3、燃料气用量过大	1、启动备用机 2、现场改手动，控制打开。 3、减小燃气用量，增大进风	影响燃烧

4.2.2.4 裂解反应器炉底压力的控制

通过调节烟道挡板的开度，调节炉膛压力。压力上升，开大挡板开度；压力下降，减小挡板开度。正常操作及异常情况处理见表5。

4.2.3 冷却

通过调节调节阀，控制合适开度调节冷却水用水量；通过调整冷冻机出水温度设定值，调节冷冻水温度，异常情况处理要求见表8。

表8 异常情况处理

现象	影响因素	处理方法	后果分析
第四冷却器出口温度升高	1. 冷冻水量小 2. 裂解副反应多 3. 冷冻机故障 4. 冷冻水温度高 5. 第一、二冷却器出口温度高	1、开大冷冻水用量 2、调整裂解反应器运行参数，优化反应情况 3、检查冷冻机情况，及时恢复运行，如长时间未恢复，裂解系统停车处理。 4、检查冰机运行情况，调整水温至正常 5、调整第一、二冷却器冷却水量降低出口温度。	影响气液分离效果

4.3 产品检验

4.3.1 成品指标

成品指标要求见表9。

表9 醋酸酐成品指标

指标名称		优等品	一等品	合格品
色度（铂-钴），号	≤	10	15	25
乙酸酐含量，%	≥	99.0	98.0	96.0
沸程（标况下），℃		138.0-141.0	137.5-141.0	136.5-141.5
蒸发残渣，%	≤	0.005	0.01	0.01
铁含量，%	≤	0.0001	0.0002	0.0005
重金属（以Pb计），%	≤	0.0001	0.0002	0.0005
氯化物（以Cl ⁻ 计），%	≤	0.0002	0.0005	0.001
高锰酸钾指数，mg/100mL	≤	60	80	—

4.3.2 检验要求

4.3.2.1 基本要求

检验员应按规定对成品储罐进行取样分析，全部检验和试验过程作好原始记录。

4.3.2.2 型式检验

型式检验取样及指标要求见表10。

表 10 型式检验取样及指标要求

分析内容	取样点位置	分析频次	指标要求
醋酸酐成品罐	醋酸酐成品罐取样点	1次/批次	含量≥99.0%
			色度≤10
			蒸发残渣≤0.005%
			高锰酸钾值≤60
			铁含量≤0.0001g/100ml

4.3.2.2.1 出厂检验

出场检验取样及指标要求见表11。

表 11 出场检验取样及指标要求

分析内容	取样点位置	分析频次	指标要求
醋酸酐成品罐	醋酸酐成品罐取样点	1次/天	含量≥99.0%
			色度≤10
			高锰酸钾值≤60
			铁含量≤0.0001g/100ml

4.4 注意事项

4.4.1 在醋酸酐生产装置现场工作的操作人员，应穿戴好劳动保护用品方可进入现场。劳动保护用品主要有安全帽、工作服、劳保鞋、劳保手套、防护眼罩等。

4.4.2 人员上岗前应经过三级安全教育培训（公司级、车间级、班组级），经考试合格后方可上岗作业，确保人员和设备安全。

5 装备要求

5.1 装备构成

绿色裂解工艺生产高纯度醋酸酐所使用的主要设备有：

- 醋酸汽化器；
- 裂解反应器；
- 冷却器；
- 吸收塔；
- 醋酸酐精馏塔；
- 醋酸酐成品塔；
- 脱水塔；
- 尾气洗涤塔；
- 真空机组；
- 冷冻机组等。

5.2 装备参数

主要装备参数见表12。

表 12 装备参数

装备名称	参数		
	规格	设计压力和温度	材质
醋酸汽化器	Φ1800×6500×10	0.3MPa, 260℃	S31603
裂解反应器	Φ10800×3800×38000		S31703
冷却器	Φ1400×2500	0.58MPa, 705℃	S31603
吸收塔	Φ2200×18000	0.15MPa, 100℃	S304L
醋酸酐精馏塔	Φ1400×18000	0.15MPa, 150℃	S316L
醋酸酐成品塔	Φ1800×38000	0.15MPa, 150℃	S316L
脱水塔	Φ1800×43000	0.15MPa, 150℃	S22053
尾气洗涤塔	Φ700×12000	0.15MPa, 100℃	S304L
真空机组	2BE1-153-0PG2	吸入绝压33-1013hPa	/
冷冻机组	TWSF330.2CLG2	制冷量1200kw, 出水温度 -10℃	/

5.3 性能要求

5.3.1 设备在运行过程中，各控制点温度控制的设定温度温差不超过 3℃。

5.3.2 对静设备和动设备的密封性做严格检查，静设备氮气充压后检查泄压速度和排查漏点，动设备检查机械密封处于正常使用状态。**工作前？是否有频次要求？**

5.3.3 设备材质应依据物料的特性进行选材，选用合适的材质以保证设备材料等对特定物料的耐受性。