

过氧化氢异丙苯生产工艺技术规范

Production technical regulation for Cumene hydroperoxide

（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。

2023 – XX – XX 发布

2023 – XX – XX 实施

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 设计要求 2

5 工艺原理 3

6 生产过程 4

7 生产设备维护和保养 7

8 产品质量要求 7

9 试验方法 8

10 检验规则 10

11 标志、包装、运输、贮存 10

12 安全生产、保护环境操作注意事项 10

13 数据采集与检测采样 11

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。

本标准由抚顺市市场监督管理局提出。

本标准由辽宁省工业和信息化厅归口。

本标准起草单位：抚顺市检验检测认证中心、抚顺市清原助剂厂有限公司、抚顺市产品质量监督检验所。

本标准主要起草人：韩杨、陈春、陈曦、胥红玉、于淼、陈松、贾富智、王婧、胡建中、施岩、孟祥德、代堪亮、盛金、张超、王楠、毕恺、王蕊、王煜烨、侯婷婷、王雅楠、张立博。

本标准为首次发布。

过氧化氢异丙苯生产工艺技术规范

1 范围

本文件给出了过氧化氢异丙苯生产企业的平面布置、工艺设计要求、基本生产技术要求、生产原理、生产过程控制、生产设备、产品质量要求、安全生产、保护环境、污染物控制。

本文件适用于现有过氧化氢异丙苯生产企业。也适用于对我国新建、扩建、改建和实施技改工程的过氧化氢异丙苯企业。

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 4053.1-2009 固定式钢梯及平台安全要求 第1部分:钢直梯
- GB 4053.2-2009 固定式钢梯及平台安全要求 第2部分:钢斜梯
- GB 4053.3-2009 固定式钢梯及平台安全要求 第3部分:工业防护栏杆及钢平台
- GB 8978-1996 污水综合排放标准
- GB 12348-2008 工业企业厂界环境噪声排放标准
- GB16297-1996 大气污染物综合排放标准
- GB 18599-2020 一般工业固体废物贮存和填埋污染控制标准
- GB 50016-2014 建筑设计防火规范(附条文说明)
- GB 50187-2012 工业企业总平面设计规范(附条文说明)
- GB 50489-2009 化工企业总图运输设计规范(附条文说明)
- GB/T 601-2016 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603-2002 化学试剂 试验方法中所有制剂及制品制备
- GB/T 637-2006 化学试剂 五水合硫代硫酸钠（硫代硫酸钠）
- GB/T 640-1997 化学试剂 碳酸氢钠
- GB/T 676-2007 化学试剂 乙酸（冰醋酸）
- GB/T 1272-2013 化学试剂 碘化钾
- GB/T 3143-1982 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位——铂—钴色号）
- GB/T 4472-2011 化工产品密度、相对密度测定通则
- GB/T 6678-2003 化工产品采用总则
- GB/T 6680-2003 液体化工产品采样总则
- GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 9724-2007 pH值测定通则
- GB/T 16157-1996 固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法
- GB/T 50046-2018工业建筑防腐蚀设计标准

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 安全生产控制

生产过程控制是为确保生产过程处于受控状态，对直接或间接影响产品质量的生产、安装和服务过程所采取的的作业技术和生产过程的分析、诊断和监控。

3.2 过氧化氢异丙苯

分子式： $C_6H_5C(CH_3)_2OOH$

分子量： 152.19

4 设计要求

4.1 厂址选择

4.1.1 企业选址应依据我国现行的卫生、安全生产和环境保护等法律法规、标准和拟建企业建设项目生产过程的卫生特征及其对环境的要求、职业性有害因素的危害状况，结合建设地点现状与当地政府的整体规划，以及水文、地质、气象等因素，进行综合分析而确定。

4.1.2 企业选址宜避开自然疫源地；对于因建设工程需要等原因不能避开的，应设计具体的疫情综合预防控制措施。

4.1.3 企业选址宜避开可能产生或存在危害健康的场所和设施，如垃圾填埋场、污水处理厂、气体输送管道，以及水、土壤可能已被原工业企业污染的地区；建设工程需要但又难以避开的，应首先进行卫生学评估，并根据评估结果采取必要的控制措施。设计单位应明确要求施工单位和建设单位制定施工期间和投产运行后突发公共卫生事件应急救援预案。

4.1.4 企业应设在当地夏季最小频率风向被保护对象的上风侧，并应符合国家规定的卫生防护距离要求，以避免与周边地区产生相互影响。对于目前国家尚未规定卫生防护距离要求的，宜进行健康影响评估，并根据实际评估结果作出判定。

4.1.5 联合企业内在同一区域布置不同卫生特征的企业时，宜避免不同有害因素产生交叉污染和联合作用。

4.1.6 企业的厂址选择除符合上述要求外，还应符合 GB 50489 和 GB 50187 的有关规定。

4.2 总图布置

4.2.1 厂区总平面布置应明确功能分区，可分为生产区、非生产区、辅助生产区。其工程用地应根据卫生要求，结合工业企业性质、规模、生产流程、交通运输、场地自然条件、技术经济条件等合理布局。

4.2.2 企业总平面布置，包括建(构)筑物现状、拟建建筑物位置、道路、卫生防护、绿化等应符合 GB 50016、GB 50489、GB 50187 等国家相关标准规范的要求。

4.2.3 企业厂区总平面功能分区的分区原则应遵循：分期建设项目宜一次整体规划，使各单体建筑均在其功能区内有序合理，避免分期建设时破坏原功能分区；行政办公用房应设置在非生产区；生产车间及与生产有关的辅助用房应布置在生产区内；产生有害物质的建筑(部位)与环境质量较高要求的或有较高洁净要求的建筑(部位)应有适当的间距或分割。

4.2.4 可能发生急性职业病危害的有毒、有害的生产车间应设置与相应事故防范和应急救援相配套的设备、设施，并留有应急通道。

4.3 厂房设计

4.3.1 厂房建筑方位应能使室内有良好的自然通风和自然采光，相邻量建筑物的间距一般不宜小于二者中较高建筑物的高度。

4.3.2 以自然通风为主的厂房，车间天窗设计应满足卫生要求：阻力系数小，通风量大，便于开启，适应不同季节要求，天窗排气口的面积应略大于进风窗口及进风门的面积之和。热加工厂房应设置天窗挡风板，厂房侧窗下缘距地面不宜高于 1.2m。

4.3.3 高温、热加工、有特殊要求和人员较多的建筑物应避免西晒。厂房侧窗上方宜设置遮阳、遮雨的固定板(棚)，避免阳光直射，方便雨天避风。

4.3.4 产生噪声、振动的厂房设计和设备布局应采取降噪和减振措施。

4.3.5 车间办公室宜靠近厂房布置，但不宜与处理危险、有毒物质的场所相邻。应满足采光、照明、通风、隔声等要求。

4.3.6 具有腐蚀性环境的厂房建筑物结构应符合 GB 50046 的要求。

4.3.7 厂房建(构)筑物应符合安全健康、消防、当地地震等级等相关要求，并具有足够使用的高度和面积，利于通风。

4.3.8 生产厂房等建(构)筑物的地面、墙体、梁、柱等应采取有效的防腐蚀措施。

4.3.9 生产车间地面应平整，易于清扫，清污分流。

4.3.10 固定式钢梯及平台的安全要求应符合 GB 4053.1、GB 4053.2、GB 4053.3 的规定。

4.4 工艺设计

4.4.1 工艺装置

新建的过氧化氢异丙苯项目采用的技术及设备，应是目前国内或国际的先进技术和先进设施。优化工艺流程，合理优化设备配置，充分考虑安全设施、环保设施和消防设施与工艺装置的结合。同一性质的生产工艺设备，宜集中布置，并充分考虑操作、检修、安全通道等的间距要求。

4.4.2 装置规模

装置规模应符合国家和有关部门产业结构的相关规定。

4.4.3 环境保护

应有防止大气污染的除尘装置，大气污染物的源排放应满足GB 16297的要求；应有固体废物综合利用设施，排放物应满足GB 18599的要求；应有水循环利用系统和工业废水处理系统，工业废水达标排放；噪声应满足GB 12348的要求。

4.4.4 经济技术指标

经济技术评价指标应符合相关部门的规定。

5 工艺原理

5.1 方法提要

以异丙苯为原料，经空气氧化制得过氧化氢异丙苯。

5.1.1 主反应

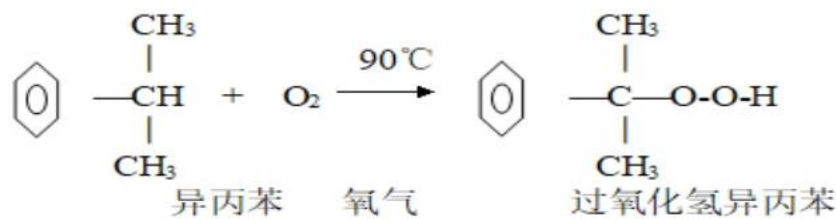


图 1 主反应方程式

5.1.2 副反应

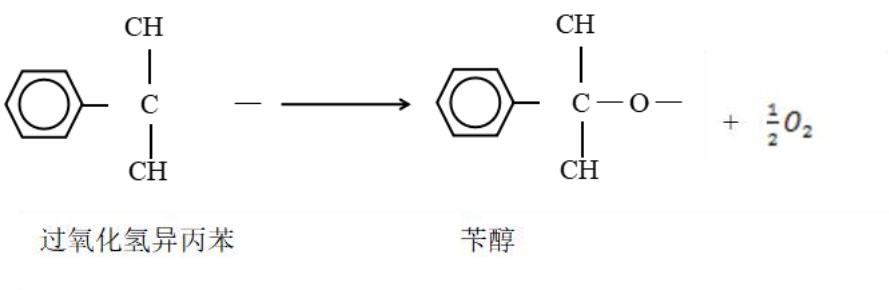


图 2 副反应方程式 1

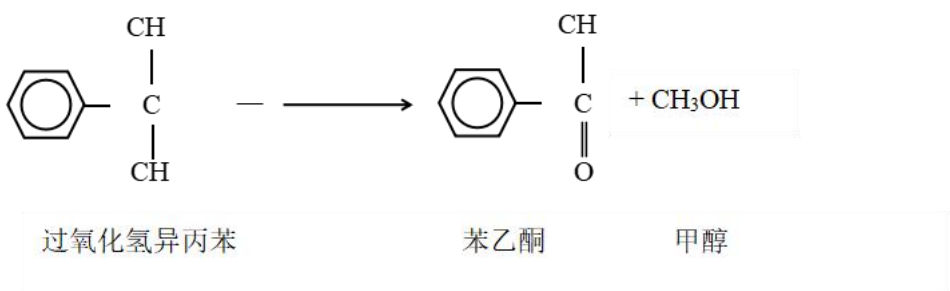


图 3 副反应方程式 2

6 生产过程

6.1 生产过程概述

生产工艺简述：原料异丙苯从罐区内异丙苯储罐由泵打入异丙苯中间罐内，异丙苯中间罐的物料经泵打入氧化塔组，进入氧化塔的异丙苯量为塔高三分之一左右，物料从第一组氧化塔进入，最后一个塔出料，在打入异丙苯的同时，在所有塔的下部由空气压缩机通入空气，以便异丙苯和空气得到充分的接

触发生反应，塔内经热水加热至80-90℃，空气中的氧气与异丙苯反应得到20%左右的过氧化氢异丙苯，反应后的气体从每组氧化塔的上部经冷却器冷却至40℃以下后，进入尾气接收罐，将空气携带的异丙苯回收后，在进入尾气回收装置用水喷淋法进一步回收异丙苯，回收得到的异丙苯送入异丙苯中间罐内继续使用，尾气中含微量的异丙苯等有经活性炭吸收达到国家标准要求后排入大气中。中间罐中20%过氧化氢异丙苯的物料经泵打入换热器，加热至80℃进入精馏塔内进行真空分离，塔内压力为-0.098MPa。塔顶温度为70℃得到异丙苯，经两台冷凝器双重充分冷凝后进回流罐，经循环泵在保证精馏塔的回流量的前提下将多余的异丙苯打入异丙苯中间罐重复使用。精馏塔底的物料经冷却器冷却到30℃后，经泵打入产品储罐内。

6.2 生产过程控制

6.2.1 原料质量要求

生产需要的原料为异丙苯，应满足以下要求。

表 1 原料异丙苯的质量要求

序号	项目	技术要求
1	外观	无色透明液体
2	含量	≥99.7%
3	非芳烃	≤300mg/kg
4	丁苯	≤0.1%
5	乙苯	≤0.2%

6.2.2 工艺流程图

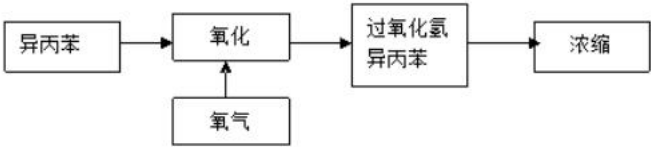


图 4 工艺流程图

6.2.3 主要设备

- 6.2.3.1 氧化塔；
- 6.2.3.2 精馏塔；
- 6.2.3.3 空气压缩机组；
- 6.2.3.4 真空机组；
- 6.2.3.5 及其他附属设施。

6.2.4 操作程序

6.2.4.1 开车准备工序

成立开车领导小组，公司、车间主要技术负责人必须是成员之一。对车间试车人员必须进行培训，合格上岗。做到工艺设备、所用物料、产品理化特性明确。应急救援人员、措施、设备设施到位。

开车所需原料、公用工程（水、电、汽等）一应俱全，以及生产所需物资的准备工作；

工艺操作规程、岗位操作法现场必须是有效版本；

电工、仪表、设备、工艺技术等专业人员必须到试车现场，随时处置试车意外情况；

在单机试车前，试车领导小组组织各专业人员再次对管道、机械设备、仪表电气、安全设施及盲板检查、核对的，以防事故发生。

6.2.4.2 单机试车工序

为了确认转动和待动设备是否合格好用，是否符合有关技术规范，如空气压缩机循环水泵、真空泵等。单机试车是在不带物料和无载荷情况下进行的。首先要断开与设备相连处，单独开动机器。在运转过程中，经过细心观察和仪表检测，均达到设计要求时（如温度、压力、转速等）即为合格。如在试车中发现问题，应会同有关人员及时检修，修好后重新试车，直到合格为止。

6.2.4.3 联动试车工序

联动试车是用水、空气或和生产物料相类似的其它介质，代替生产物料所进行的一种模拟生产状态的试车。目的是为了检验生产装置连续通过物料的性能。联动试车时也可以给水进行加热或降温，观察仪表是否能准确地指示出通过的流量、温度和压力等数据，以及设备的运转是否正常等情况。联动试车能暴露出设计、安装和检修过程中的一些问题，在这些问题解决以后，再进行联动试车，直至认为流程畅通为止。

6.2.4.4 化工试车工序

当以上各项工作都完成后，则进入化工试车阶段。按照已制定的试车方案，在开车领导小组统一指挥下，按化工生产工序的前后顺序进行。本工艺装置的具体开车程序为：

第一步：原料岗位开车前一天应确原料备料充足。

第二步：通过进料泵将原料打入氧化塔内进行氧化反应，产品含量达到要求后，出料。

第三步：氧化液出料，进入氧化罐。

第四步：氧化液进行精馏。

第五步：检验 产品含量达到标准要求。

第六步：包装 通过计量设备包装。

6.2.5 停车方案

在化工生产中停车的方法与停车前的状态有关，不同的状态，停车的方法及停车后处理方法也就不同。

6.2.5.1 正常停车

生产进行到一段时间后，设备需要检查或检修进行的有计划的停车，称为正常停车。这种停车，是逐步减少物料的加入，直至完全停止加入，待所有物料反应完毕后，开始处理设备内剩余的物料，处理完毕后，停止供汽、供水，降温降压，最后停止转动设备的运转，使生产完全停止。停车后，装置、设备依次进行吹扫、清洗，对某些需要进行检修的设备，要用盲板切断该设备上物料管线，以免可燃气体、液体物料漏过而造成事故。检修设备动火或进入设备内检查，要把其中的物料彻底清洗干净，并经过安全分析合格后方可进行。

6.2.5.2 局部紧急停车

生产过程中，在一些想象不到的特殊情况下的停车，称为局部紧急停车。如某设备损坏、某部分电气设备的电源发生故障、在某一个或多个仪表失灵等，都会造成生产装置的局部紧急停车。当这种情况发生时，应立即通知前步工序采取紧急处理措施。把物料暂时储存或向事故排放部分（如中间储罐、放空等）排放，并停止入料，转入停车待生产的状态（绝对不允许再向局部停车部分输送物料，以免造成重大事故）。同时，立即通知下步工序，停止生产或处于待开车状态。此时，应积极抢修，排除故障。待停车原因消除后，应按化工开车的程序恢复生产。

6.2.5.3 全面紧急停车

当生产过程中突然发生停电、停水、停汽或发生重大事故时，则要全面紧急停车。这种停车事前是不知道的，操作人员要尽力保护好设备，防止事故的发生和扩大。对有危险的设备，如高压设备应进行手动操作，以排出物料。对于自动化的生产装置，在车间内备有紧急停车按钮，并和关键阀门锁在一起。当发生紧急停车时，操作人员一定要以最快的速度去按这个按钮。为了防止全面紧急停车的发生，备用电源启动。

全面紧急停车（停电）：

第一步：切断电动设备的电源，注意来电时的安全开车。

第二步：若停电时间较长，可按正常停车操作或启动发电机组（按要求操作）；

第三步：若短时间停电，来电后可按正常程序开车。

第四步：停电时，各控制仪表均失去调节作用，改用现场手动操作。

6.2.6 开停车方案要求

化工生产中的开、停车是一个很复杂的操作过程，且随生产的品种不同而有所差异，这部分内容必须载入生产车间的岗位操作规程中，同时，根据生产工艺条件的变化随时进行修订。

7 生产设备维护和保养

7.1 加强设备巡回检查，确保设备正常运转。

7.2 严格按照操作规程进行操作，操作人员应做到“懂结构、懂原理、懂性能、懂用途”、“会使用、会维护保养、会排除故障”以免损坏设备，造成事故。

7.3 应做到“定人、定点、定质、定量、定时”进行设备润滑，确保设备长周期运行。

7.4 消除设备及管道跑、冒、滴、漏及堵塞现象，如有发现应及时处理。

7.5 坚持“维修为主、检修为辅”原则，做到周到地、有计划地维护保养及计划检修。

7.6 积极利用新工艺、新材料、新技术等替代落后的、能耗大的、效率低的设备和零部件。

7.7 正确使用各种电器设备和各种仪表。

7.8 保持设备、管道等的环境卫生，做到文明生产。

8 产品质量要求

产品质量指标及规格符合表2规定。

表 2 产品质量技术指标

项目	指标及规格				
外观	无色或淡黄色透明液体				
纯度，%	≤70	70~80	80~85	85~90	90~95
活性氧含量，%	≤7.36	7.36~8.41	8.41~8.93	8.93~9.46	9.46~9.98
密度，g/cm ³	≥1.0	≥1.0	≥1.02	≥1.02	≥1.03
pH 值	3.0~8.0				
色相，Hazen	≤100				

9 试验方法

本文件所用试剂和水，在没有说明其它要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682-2008规定的三级水。所用标准溶液制剂及制品，在没有注明其它要求时，均按GB/T 601-2016、GB/T603-2016的规定制备。

9.1 抽样

按GB/T 6678-2003规定。

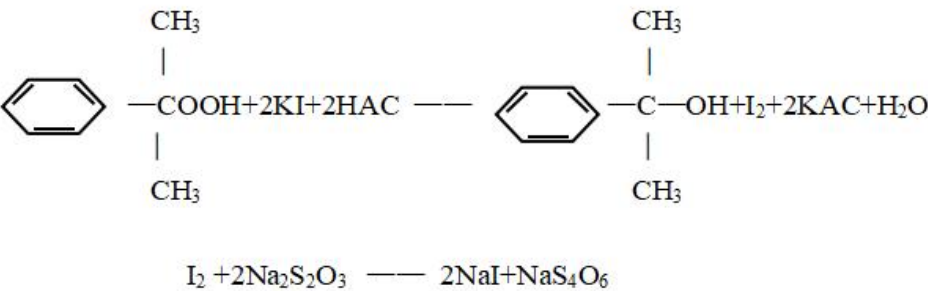
9.2 外观检查

直接将样品置于无色透明的玻璃试管中目测。

9.3 纯度的测定

9.3.1 方法原理

原理：CHP能氧化KI，析出定量的碘，析出的碘用Na₂S₂O₃标准溶液滴定，反应式如下：



9.3.2.4 碳酸氢钠；

9.3.2.5 1%淀粉指示液：称取 1.0 克淀粉，加 5 毫升水使成糊状，在搅拌下将糊状物加到 90 毫升沸水中，煮沸 1—2 分钟，冷却，稀释至 100 毫升。使用期为两周。

9.3.3 测定步骤

准确称取样品0.2—0.3毫升，称准至0.0002克，置于预先盛有20毫升冰醋酸，150毫升碘量瓶中，加约0.5克碳酸氢钠，轻摇赶掉瓶内空气，再加2毫升饱和碘化钾溶液，摇匀加塞水封避光反应10分钟，用硫代硫酸钠标准溶液[C(Na₂S₂O₃)= 0.1mol/L]滴定至淡黄色，加淀粉指示剂2毫升，继续滴定至兰色消失，记下读数V₁，同样做一空白，记下读数V₀。

9.3.4 结果计算

纯度的质量分数按下式计算：

$$\text{CHP}\% = \frac{C(V_1 - V_0) \times 0.0761}{m} \times 100$$

式中：

- V₁ —— 样品滴定时硫代硫酸钠之用量，ml；
- V₀ —— 空白滴定时硫代硫酸钠之用量，ml；
- C —— 硫代硫酸钠之量浓度，mol/L；
- 0.0761——过氧化氢异丙苯的换算系数；
- m —— 样品重量，g。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

9.4 活性氧含量的测定

样品的活性氧含量按式（2）计算

$$\text{活性氧}\% = \frac{\text{纯度}\% \times 10.51}{100}$$

式中：10.51—纯样品的理论活性氧量。

9.5 密度的测定

按GB/T 4472-2011规定。

9.6 pH 值的测定

9.6.1 仪器

9.6.1.1 酸度计；

9.6.1.2 分液漏斗。

9.6.2 样品的处理

将50ml不含二氧化碳的蒸馏水与50ml样品在分液漏斗中振摇混合、静置、待分层后取其水层测PH值。

9.6.3 测定方法

按GB/T 9724-2007规定。

9.7 色相的测定

按GB/T 3143-1982规定。

10 检验规则

10.1 产品应有公司质检部门检验合格并签发检验合格证后，方可出厂。

10.2 产品按班次确定批次，采用随机抽样方法，每次抽样 250 毫升。

10.3 出厂检验项目为外观、纯度、pH 值。

10.4 下列情况应全项检验：

- 新产品投产或新产品鉴定时；
- 原料或生产工艺有重大改变时；
- 停产半年恢复生产时；
- 国家质量监督抽样时。

10.5 检验结果如全部合格，则为合格产品；如有任何一项不合格，允许复检一次，要加倍抽样，对不合格项目进行复检。经复检合格，则该批为合格品；如仍不合格，则该批为不合格品

11 标志、包装、运输、贮存

11.1 产品可采用 25kg、200kg、1000kg 塑料桶包装。

11.2 产品包装应附有标识和检验合格证，标明商品名称、CHP 含量、pH 值、净重、毛重、执行标准号、生产日期、有效期、单位名称、地址、检验员代号及“氧化剂”、“易燃”、“小心轻放”、“勿倒置”标志或说明。

11.3 产品按易燃、危险物品贮存、运输，防止与人体接触，仓储温度不得超过 30℃，禁止与其它有机物、可燃物混放，贮运过程轻装、轻卸，且勿倒置。

11.4 产品有效贮存期一年。

12 安全生产、保护环境操作注意事项

12.1 操作人员在未取得上岗操作证前，不准上岗作业。

12.2 系统电气设备停车超过 24h，应进行电气设备绝缘测试，合格后方可启动。

12.3 启动功率超过 90kW 电气设备时，应有专业人员现场监护，方可启动。

12.4 不应湿手触摸电器开关或用湿布擦拭电器。

12.5 检查运转设备的运行状况时，应脱去手套，女工上岗应将长头发盘于帽内。

- 12.6 设备的转动部位应保持防护罩完好，不应在防护罩上坐人和堆放任何杂物。
- 12.7 大型机电设备的启动装置，应安装在金属等不可燃物体上。
- 12.8 开启式启动设备不应安装在有爆炸或火灾危险的气体或粉末环境里。
- 12.9 设备接地应牢固可靠。
- 12.10 液体管道低点排凝阀应保证严密性，可设两道排凝阀，排出液体应进入密闭系统。
- 12.11 设备管路检修前，应进行彻底清洗和置换。
- 12.12 净化后的尾气排放高度、排放速率应符合 GB16297-1996 的二级要求。
- 12.13 应配备必要的个人防护用品，包括防毒面具、防护手套、耐酸胶鞋、护目镜、氧气呼吸器、防护衣及洗眼液、防护液等应急药品。
- 12.14 楼梯、平台、操作通道以及其他易于滑倒的地面应有防滑措施。

13 数据采集与检测采样

13.1 生产数据采集

日常生产过程中各工段的生产记录和根据需要测定的数据，是过氧化氢异丙苯生产的主要评定依据之一，数据应存档备查。

13.2 污染物检测采样

- 13.2.1 废水采样和监测按 GB8978-1996 执行。
 - 13.2.2 噪声采样和监测按 GB 12348 执行。
 - 13.2.3 大气污染物的采样和监测按 GB/T16157 执行。
-