

团 体 标 准

T/UNP XXXX-XXXX

加氢低软化点石油树脂制备工艺规范

Specification for preparation process of hydrogenated low softening  
point petroleum resin

(征求意见稿)

20XX-XX-XX 发布

20XX-XX-XX 实施

中国联合国采购促进会

发 布



目 次

前言 ..... II

引言 ..... III

1 范围 ..... 1

2 规范性引用文件 ..... 1

3 术语和定义 ..... 1

4 设施 ..... 1

5 原辅料要求 ..... 2

6 工艺原理及流程 ..... 3

7 工艺要求 ..... 4

8 质量控制 ..... 5

9 生产管理 ..... 6

10 生产记录 ..... 6

## 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。

本文件由山东莘县瑞森石油树脂有限公司提出。

本文件由中国联合国采购促进会归口。

本文件起草单位：山东莘县瑞森石油树脂有限公司、.....。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX.....。

## 引 言

本文件的发布机构提请注意，声明符合本文件时，可能涉及到一种加氢低软化点石油树脂的制备方法相关专利的使用。

本文件的发布机构对于该专利的真实性、有效性和范围无任何立场。

该专利持有人已向本文件的发布机构承诺，他愿意同任何申请人在合理且无歧视的条款和条件下，就专利授权许可进行谈判。该专利持有人的声明已在本文件的发布机构备案。相关信息可以通过以下联系方式获得：

专利持有人姓名：山东莘县瑞森石油树脂有限公司。

专利授权公告号：CN111187383B。

请注意除上述专利外，本文件的某些内容仍可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任



# 加氢低软化点石油树脂制备工艺规范

## 1 范围

本文件规定了加氢低软化点石油树脂制备工艺的术语和定义、设施、原辅料要求、工艺原理及流程、工艺要求、质量控制、生产管理、生产记录。

本文件适用于以双环戊二烯、C<sub>5</sub> 馏分和低聚物等为原料生产加氢低软化点石油树脂的工艺。

## 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 2894 安全标志及其使用导则
- GB 8978 污水综合排放标准
- GB 12348 工业企业厂界环境噪声排放标准
- GB 14554 恶臭污染物排放标准
- GB 16297 大气污染物综合排放标准
- GB 18597 危险废物贮存污染控制标准
- GB 18599 一般工业固体废物贮存和填埋污染控制标准
- GB 50016 建筑设计防火规范

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**加氢低软化点石油树脂** hydrogenated low softening point petroleum resin

通过特定原料热聚合后加氢反应制得，软化点较低，具有良好相容性、初粘性、抗氧化性和低温流动性，色浅味小的石油树脂产品。

### 3.2

**低聚物** oligomer

在热聚合反应中产生，可循环用于热聚合原料的物质。

## 4 设施

### 4.1 厂房

4.1.1 厂房设计应根据加工要求合理布局，面积和空间与加工能力相适应，应满足生产和环保要求。

4.1.2 厂房和生产线的设计应符合规定，并充分考虑人员职业健康。

4.1.3 加工区域与办公区域分开布置，有适当分隔或分离措施。

4.1.4 采用节能措施，回收再利用热能、电能等能源。

- 4.1.5 厂区应设置消防通道和安全出口，道路满足消防、安全和运输需要。
- 4.1.6 厂房和仓库应独立建造，不应设置员工宿舍。
- 4.1.7 厂区安全标识应符合 GB 2894 的规定。厂区内建筑物间距、消防车道、防火、防烟分区设计应满足 GB 50016 的要求。

4.2 基础设施

- 4.2.1 供水设施能确保水质、水压、水量及其他要求符合加工和安全的需要。
- 4.2.2 排水设施能确保排水通畅，排水系统入口应安装带水封的地漏等装置。
- 4.2.3 配备专门的废弃物分类存放设施，确保不泄露，易清洁。
- 4.2.4 具有适宜的自然通风或机械通风措施，通风和排气设施应易于清洁、维修和更换。
- 4.2.5 根据加工需要，必要时，有控制生产环境温度和湿度的适宜设施。
- 4.2.6 安装适宜的照明设施，光线和亮度能满足生产需要。
- 4.2.7 应具有能满足加工能力、贮存要求相适应条件的仓储设施。仓库地面平整，贮存成品应与墙壁、地面保持适当距离，并有利于物品防护、搬运和空气流通。能确保原料、半成品、成品、包装材料等分类、分区域存放。
- 4.2.8 生产区域应配备有必要的安全防护设施、消防设施。

4.3 设备

- 4.3.1 应配备与生产能力相适应的生产设备。落实专人操作和管理设备，建立设备保养和维修制度，加强日常维护、保养。做好相关维护保养和检修记录。
- 4.3.2 用于监测、控制的设备应定期校准、维护。
- 4.3.3 按照设备操作手册规范进行操作，确保安全加工。

5 原辅料要求

5.1 技术指标

- 5.1.1 原材料 C<sub>5</sub> 的双烯烃总含量应≥35%，色号≤1#。
- 5.1.2 原料二聚环戊二烯技术指标应符合表 1 的规定。

表 1 二聚环戊二烯技术指标

| 项目                        | 指标       |          |       |
|---------------------------|----------|----------|-------|
|                           | 优等品      | 一等品      | 合格品   |
| 外观                        | 无色或浅黄色液体 | 无色或浅黄色液体 | 浅黄色液体 |
| 颜色（号）                     | ≤ 1      | 1        | 2     |
| 二聚环戊二烯含量，%                | ≥ 80     | 75       | 70    |
| 密度(20℃)，g/cm <sup>3</sup> | ≥ 0.92   | 0.92     | 0.90  |

5.2 采购要求

原料应从合格供货商中购入，应有相应的检查记录。每批原料购进时应有出厂检验报告或其它合格证明。

5.3 原料信息

原料应有清晰的标识，以防止混淆和误用。标识的内容宜包括品名、批号、状态、数量、收货日期、储存条件、有效期等信息。

## 5.4 原料检验

5.4.1 原料应按照既定的品质要求进行检验。

5.4.2 应制定原料的存储期和检验周期，并按规定检验。

## 5.5 原料贮存

5.5.1 原料的储存应有防止混淆的措施，并能有效避免受微生物、粉尘或其它化学物质的污染。原料不应存放在过冷、过热、暴晒或过湿等恶劣环境中。对温度、湿度或其它条件有特殊要求的原料应按规定条件存储。挥发性原料应避免污染其它原料。

5.5.2 原料的使用必须遵循先进先出原则，并有可追溯性。

# 6 工艺原理及流程

## 6.1 工艺原理

### 6.1.1 聚合原理

6.1.1.1 双环戊二烯在其沸点以上，密闭条件下热聚合生成 DCPD 石油树脂，加入碳五馏分和溶剂改善 DCPD 石油树脂分子量分布，得到合适的分子量和分子量分布的 DCPD 石油树脂。

6.1.1.2 DCPD 在 200℃~280℃ 下反应生成 DCPD 石油树脂，为强放热反应，反应过程不用催化剂，加入溶剂（溶剂不参与反应）和碳五以调解分子量大小和分布。

### 6.1.2 DCPD 石油树脂加氢原理

DCPD 石油树脂在催化剂存在下，在（2~20）MPa，100℃~350℃ 和氢气发生加成反应，饱和 DCPD 石油树脂中的双键，生成 DCPD 加氢石油树脂。

## 6.2 工艺流程

生产工艺流程如图1所示。

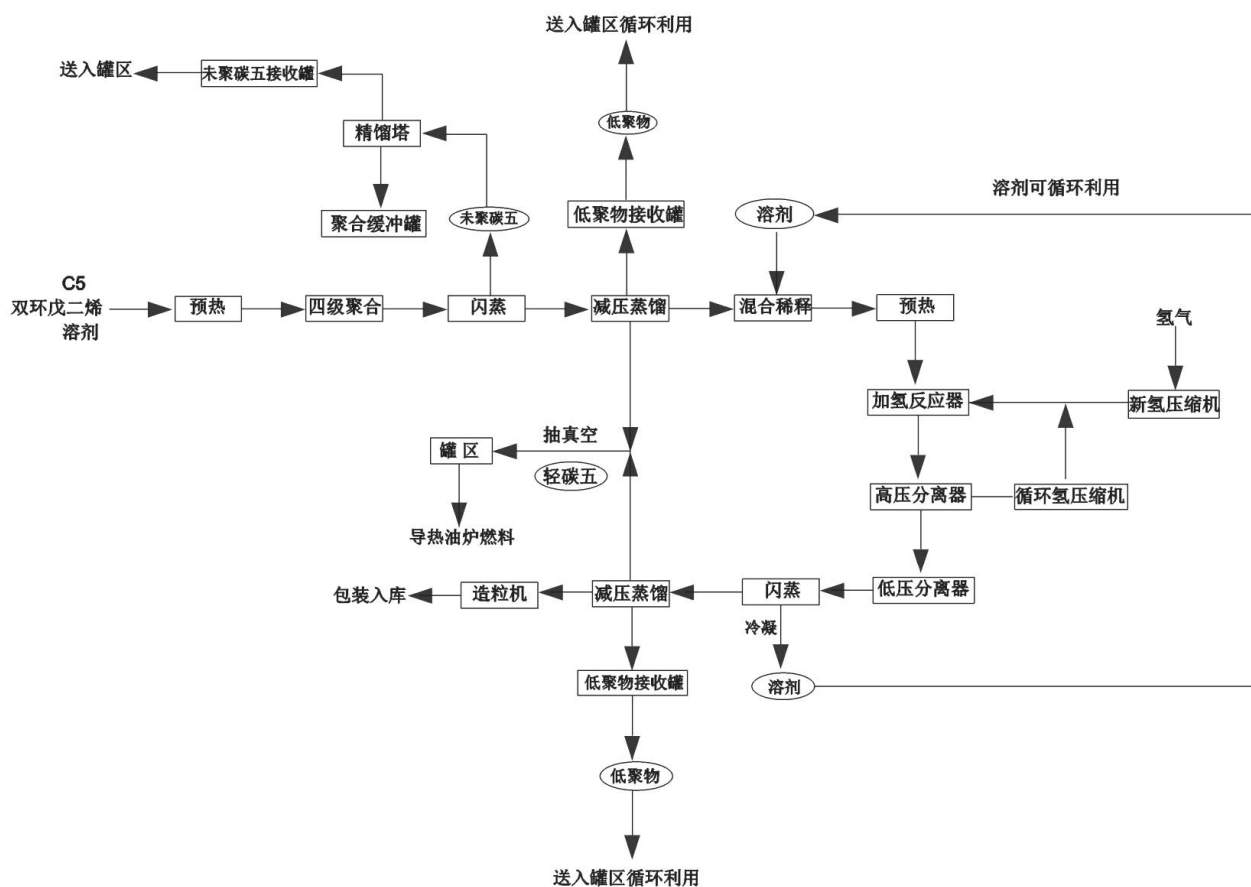


图 1 生产工艺流程图

## 7 工艺要求

### 7.1 热聚合反应

7.1.1 将双环戊二烯、C5 馏分和低聚物按比例调配后加入反应釜，低聚物由双环戊二烯与 C5 馏分聚合后减压蒸馏得到，并循环利用至稳定。

7.1.2 混合过程应均匀，可采用搅拌等方式，搅拌速度和时间应根据反应釜大小和原料量确定。

### 7.1.3 反应条件为:

- a) 温度:  $200^{\circ}\text{C}\sim 280^{\circ}\text{C}$ ;
- b) 压力: 小于  $3.5\text{ MPa}$ ;
- c) 液位:  $35\%\sim 88\%$ ;
- d) 反应时间:  $(2\sim 12)\text{ h}$ 。

7.1.4 反应结束后先常压蒸出液相 140℃以下馏分作为轻组分,然后减压蒸馏,收集液相 200℃以下馏分作为低聚物循环利用。塔底或釜底物为熔融态基础石油树脂。

## 7.2 加氢反应

7.2.1 将熔融态基础石油树脂与加氢溶剂按按体积比 1: (0.5~4) 混合混合均匀, 混合过程采用机械搅拌或静态混合器等设备, 充分混合, 混合后应进行抽样检测, 检测混合比例是否符合要求, 如有偏差应及时调整并记录。

7.2.2 将加氢原料与氢气一起输送到带有镍系催化剂或钯系催化剂的加氢反应器中进行加氢反应。

7.2.3 反应条件为：

- a) 温度：170℃～280℃；
- b) 压力：（2.0～14.0）MPa；
- c) 反应时间：（0.5～5）h。

7.2.4 加氢溶剂为链状饱和烃或环状饱和烃中的一种或两种的组合，碳原子数为5～20。其中：

- a) 链状饱和烃宜为正戊烷、2-甲基戊烷、3-甲基戊烷、正己烷、2-甲基己烷、3-甲基己烷、正庚烷、3-乙基戊烷、2,2-二甲基戊烷、2,3-二甲基戊烷、2,4-二甲基戊烷、3,3-二甲基戊烷、2,2,3-三甲基丁烷、2,2,4-三甲基戊烷中的一种或任意几种的组合物；
- b) 环状饱和烃宜为环戊烷、环己烷、环庚烷、环辛烷中的一种或任意几种的组合物。

7.2.5 镍系或钯系催化剂应具有良好的活性、选择性和稳定性，在使用前应进行活化处理，按照催化剂供应商提供的方法进行操作。催化剂的用量应根据反应规模和原料性质合理确定，在反应过程中监测催化剂活性，如发现活性下降应及时分析原因并采取相应措施，如更换催化剂或调整反应条件，记录催化剂的使用情况和性能变化。

### 7.3 蒸馏

7.3.1 加氢反应后的树脂液应进行蒸馏脱除加氢溶剂，蒸馏温度小于250℃，压力小于-0.08 MPa。

7.3.2 蒸馏过程中收集的加氢溶剂宜进行回收处理，检测其纯度和杂质含量，符合要求的可循环使用，不合格的应进行净化或处置，记录溶剂回收和处理情况。

### 7.4 造粒

7.4.1 将脱除加氢溶剂后的树脂液转移至树脂釜，树脂釜温度为150℃～230℃，液位小于80%

7.4.2 从树脂釜输送至造粒机的树脂液，应流量稳定，通过流量计和调节阀控制流量，

7.4.3 造粒参数应符合：

- a) 布料器温度：小于250℃；
- b) 保温罩温度：小于240℃。

## 8 质量控制

### 8.1 过程控制

在各生产工段设置关键质量控制点，如原料双烯烃含量、聚合反应温度、压力、液位、收率、软化点，加氢反应温度、压力、压差、收率、软化点，蒸馏温度、压力、液位，造粒温度、液位、色号、酸值等，明确其控制范围、评价测量技术、抽样频率和控制方法，采用检测设备和自动化控制系统，对每个控制点的检测数据进行记录和分析，及时发现质量波动趋势并采取预防措施。

### 8.2 产品检测

成品按要求进行检测，检测项目包括色号、软化点、粘度、分子量、与正庚烷相容性、热稳定性等，检测结果应符合规定，对每批次产品保留样品，以便追溯和复查。定期对检测设备进行校准和维护，检测数据应准确、可靠。

### 8.3 不合格品处理

检测不合格的产品，应进行隔离标识，分析不合格原因，采取纠正措施进行返工或报废处理。记录不合格品处理过程和结果，防止不合格品混入合格品中流出。

## 9 生产管理

### 9.1 基本要求

9.1.1 应当遵守国家相关法律法规的要求，依法组织加工和经营。

9.1.2 宜建立和完善质量管理体系 and 标准体系，实施从原材料到最终产品的全过程质量管理，并有效运行。

9.1.3 鼓励企业建立能源管理体系、环境管理体系、职业健康安全管理体系，并有效运行。

### 9.2 环境保护与安全

#### 9.2.1 污染物控制

##### 9.2.1.1 废气

废气排放应符合GB 16297及GB 14554的要求。

##### 9.2.1.2 废水

废水排放应符合GB 8978的要求。

##### 9.2.1.3 噪音

应采取基础减振、厂房隔声、消声等措施，厂界噪声应符合GB 12348的要求。

##### 9.2.1.4 固废

固体废弃物应分类收集、存储、处置利用。一般废物的临时贮存应按GB 18599的要求进行管理。危险废物贮存应按GB 18597的规定进行。

#### 9.2.2 劳动安全与职业卫生

9.2.2.1 工作人员操作时应配备必要的劳动安全卫生设施和劳动防护用品。

9.2.2.2 机械设备裸露的传动部分及运动部分应设置防护装置或防护栏杆，周围宜预留操作活动空间。

9.2.2.3 有害气体、易燃气体、异味、粉尘或环境潮湿的区域，应配置通风设施。

### 9.3 人员

9.3.1 企业负责人应明确所承担的责任与义务，贯彻相关的法律法规。

9.3.2 加工技术人员应掌握相应的加工方式、专业知识和技能，熟悉相关加工设备的性能。

9.3.3 操作人员、品管等应经过岗前培训，包括安全、操作方法等，并通过测试，方可参与加工。

9.3.4 质量检验人员应熟悉质量管理相关知识，掌握质量检测的相关技能，能胜任检测工作。

9.3.5 企业应定期组织人员参加质量控制、工艺控制、安全环保、操作技能等方面的培训。

## 10 生产记录

10.1 应做好原料、控制温度、操作时间、操作人员、产品质量、规格、数量等各项生产记录。

10.2 各项记录应及时整理归档，档案资料应保存 2 年以上。

---