

### 精细化工反应安全风险评估导则

地方标准信息服务平台

2022 - 08 - 10 发布

2022 - 09 - 10 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 资质要求 .....	2
5 评估范围及流程 .....	2
6 评估方法 .....	3
7 评估等级划分指标要求 .....	3
8 评估结论及建议 .....	6
9 评估结果运用 .....	7
10 评估报告 .....	7
参考文献 .....	9

地方标准信息服务平台

## 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。

本文件由河北省应急管理厅提出。

本文件起草单位：河北省应急管理科学研究院、河北安科检测检验有限公司。

本文件主要起草人：杨洋、王晓雪、甘霏、邓杰、高忠庭、付淑玲、李秀普、贾晓君、贾佳、刘杏粉、张建磊、王莉、张晓哲、段欣然、薛博、李梁。

地方标准信息服务平台

# 精细化工反应安全风险评估导则

## 1 范围

本文件规定了精细化工反应安全风险评估的资质要求、评估范围及流程、评估方法、评估等级划分指标要求、评估结论及建议、评估结果运用、评估报告。

本文件适用于精细化工反应安全风险评估。

## 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 13464 物质热稳定性的热分析试验方法

T/CIESC 0001 化学反应量热试验规程

T/CIESC 0003 化工工艺反应热风险特征数据计算方法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**精细化工企业** fine chemical enterprise

以基础化学工业生产的初级或次级化学品、生物质材料等为起始原料，进行深加工而制取具有特定功能、特定用途、小批量、多品种、附加值高和技术密集的精细化工产品的工厂。

[来源：GB 51283—2020，2.0.1]

### 3.2

**风险** risk

发生特定危害事件的可能性以及发生事件后果严重性的结合。

[来源：GB/T 51116—2016，2.0.9]

### 3.3

**绝热温升** adiabatic temperature rise,  $\Delta T_{ad}$

对于失控体系，反应物完全转化时所放出的热量导致物料温度升高的值。

### 3.4

**失控反应严重度** severity of runaway reaction

反应在不受控的情况下能量释放可能造成破坏的程度。

### 3.5

**工艺温度** reaction temperature,  $T_r$

即目标工艺操作温度，也是反应过程中冷却失效时的初始温度。

### 3.6

**技术最高温度** maximum temperature for technical reason, MTT

常压反应体系反应体系溶剂或混合物料的沸点，密闭体系反应容器最大允许压力时所对应的温度。

### 3.7

**失控反应最大反应速率到达时间** time to maximum reaction rate of runaway reaction in adiabatic condition,  $TMR_{ad}$

在绝热条件下，失控反应到达最大反应速率所需要的时间，可以通俗地理解为致爆时间。 $TMR_{ad}$ 是温度的函数，是时间衡量尺度，用于评估失控反应最坏情形发生的可能性，是人为控制最坏情形发生所拥有的时间长短。

### 3.8

**失控体系能达到的最高温度** the highest temperature that the runaway system can reach,  
**MTSR**

在物料累积最大时，体系能够达到的最高温度称为失控体系能达到的最高温度。MTSR与反应物料的累积程度相关，反应物料的累积程度越大，反应发生失控后，体系能达到的最高温度MTSR越高。

### 3.9

**风险矩阵** risk matrix

通过确定事件后果和可能性的范围来排列显示风险的工具。

[来源：GB 23694—2013, 4.6.1.7]

## 4 资质要求

4.1 反应安全风险评估应由具备相关专业能力的机构组织开展。

4.2 反应安全风险评估单位应加强技术人才队伍培养，配备完善实验测试设施，规范服务工作，提高反应安全风险评估能力和质量，具备必要的工艺技术、工程技术、热安全和热动力学技术团队和实验能力，具备中国合格评定国家认可实验室（CNAS 认可实验室）资质，技术团队的构建应尽可能地覆盖有机化学、物理化学、化工原理、化工热力学、反应动力学、分析化学等专业。

4.3 评估机构应围绕“人、机、料、法、环”等要素建立实验室管理体系。

4.4 企业应加大对工艺反应测试分析条件的投入，培育专业工程技术人员，逐步形成自身开展反应安全风险评估工作的能力。

4.5 反应安全风险评估应具备动力学研究手段和技术能力，并配备但不限于下列设备：

- 闪点测试仪；
- 爆炸极限测试仪；
- 差热扫描量热仪；
- 热稳定性筛选量热仪；
- 绝热加加速度量热仪；
- 高性能绝热加加速度量热仪；
- 微量热仪；
- 常压反应量热仪；
- 高压反应量热仪；
- 最小点火能测试仪；
- 水分测试仪；
- 液相色谱仪；
- 气相色谱仪等。

## 5 评估范围及流程

### 5.1 评估范围

5.1.1 企业中涉及重点监管危险化工工艺和金属有机物合成反应（包括格氏反应）的间歇和半间歇反应，有以下情形之一的，应开展反应安全风险评估：

- a) 国内首次使用的新工艺、新配方投入工业化生产的以及国外首次引进的新工艺且未进行过反应安全风险评估的，
- b) 现有的工艺路线、工艺参数或装置能力发生变更，且没有反应安全风险评估报告的，
- c) 因反应工艺问题，发生过生产安全事故的。

5.1.2 重点监管的危险化工工艺的精细化工生产装置应进行生产工艺全流程的反应安全风险评估，

对相关原料、中间产品、产品及副产物进行热稳定性测试。蒸馏、干燥、储存等单元操作可参考精细化工反应安全风险评估方法，采用适用的评估方法进行风险评估。

5.1.3 对于同一个反应过程中的多步副反应，或完成一个产品生产的多步反应，或同一产品微调后的不同系列反应，应对过程中出现的所有反应进行反应安全风险评估。

## 5.2 评估流程

反应安全风险评估，按以下流程进行：

- a) 明确反应安全风险评估目的，评估对象和评估范围，组建评估项目组，
- b) 收集、整理反应安全风险评估所需资料，包括相关法律、法规、规章、标准、规范、工艺信息、工艺质控指标、物料、产能规模等，
- c) 物料热稳定性风险评估，对反应中涉及的原料、中间物料、产品等化学品进行热稳定测试分析，
- d) 目标反应安全风险发生可能性和导致的严重程度评估，根据绝热温升等参数，评估反应可能导致的严重程度，对失控反应进行矩阵评估，判定失控过程风险可接受程度，
- e) 目标反应工艺危险度评估，根据最大反应速率到达时间等参数评估反应失控的可能性，结合相关反应温度参数进行多因素危险度评估，确定反应工艺危险度等级，
- f) 得出反应安全风险评估结论，提出对策措施建议，
- g) 编制反应安全风险评估报告。

## 6 评估方法

### 6.1 通则

根据反应安全风险评估多目标、多属性的特点，应针对不同的评估对象，进行多样化的评估，全面反映化学工艺的特征和危险程度，对精细化工反应安全风险评估进行定性、定量的评估。

### 6.2 单因素反应安全风险评估

依据反应热、失控体系绝热温升、最大反应速率到达时间进行单因素反应安全风险评估。物质化学反应热估算方法及试验测定方法可参照T/CIESC 0001进行。

### 6.3 混合叠加因素反应安全风险评估

以最大反应速率到达时间作为风险发生的可能性，失控体系绝热温升作为风险导致的严重程度，进行混合叠加因素反应安全风险评估。

### 6.4 反应工艺危险度评估

依据四个温度参数，即工艺温度、技术最高温度、最大反应速率到达时间为24小时对应的温度及失控体系能达到的最高温度，进行反应工艺危险度评估。

## 7 评估等级划分指标要求

### 7.1 物料热稳定性等级指标要求

7.1.1 物料热稳定性，可分为以下4个等级，对物质进行测试，获得物质的分解放热情况，开展风险评估，分解热评估等级的确定应符合表1的规定。

表1 分解热评估指标要求

等级	分解热 (J/g)	说明
1	分解热 < 400	潜在爆炸危险性。
2	400 ≤ 分解热 ≤ 1200	分解放热量较大，潜在爆炸危险性较高。

表1 分解热评估指标要求(续)

等级	分解热 (J/g)	说明
3	1200 < 分解热 < 3000	分解放热量大, 潜在爆炸危险性高。
4	分解热 ≥ 3000	分解放热量很大, 潜在爆炸危险性很高。

7.1.2 超低温、超高温反应量热设备量热准确性较低, 应采用仪器测量和理论计算相结合, 修正量热数据。

7.1.3 气固反应、超高压反应中反应量热仪无法测试, 应采用模拟法和理论推演相结合, 找出反应的主要风险数据。

## 7.2 失控反应严重度等级指标要求

7.2.1 利用严重度评估失控反应的危险性, 可将危险性分为以下 4 个等级, 失控反应严重度等级的确定应符合表 2 的规定。

表2 失控反应严重度评估指标要求

等级	$\Delta T_{ad}$ (K)	后果
1	≤ 50 且无压力影响	单批次的物料损失。
2	50 < $\Delta T_{ad}$ < 200	工厂短期破坏。
3	200 ≤ $\Delta T_{ad}$ < 400	工厂严重损失。
4	≥ 400	工厂毁灭性的损失。

7.2.2 反应释放出的热量越大, 失控后反应体系温度的升高情况越显著, 易导致反应体系中温度超过某些组分的热分解温度, 发生分解反应及二次分解反应, 产生气体或造成某些物料本身的气化, 导致体系压力的增加, 可能致使反应容器的破裂及爆炸事故的发生, 失控反应体系温度的升高情况越显著, 造成后果的严重程度越高。

## 7.3 失控反应发生的可能性等级指标要求

7.3.1 失控反应发生的可能性, 可分为以下 4 个等级, 利用失控反应最大反应速率到达时间  $TMR_{ad}$  为时间尺度, 对反应失控发生的可能性进行评估, 评估等级的确定应符合表 3 的规定。

表3 失控反应发生可能性评估指标要求

等级	$TMR_{ad}$ (h)	后果
1	$TMR_{ad} \geq 24$	很少发生。
2	$8 < TMR_{ad} < 24$	偶尔发生。
3	$1 < TMR_{ad} \leq 8$	很可能发生。
4	$TMR_{ad} \leq 1$	频繁发生。

7.3.2 对于工业生产规模的化学反应来说, 事故发生的概率与下列因素有关:

- a) 绝热条件下失控反应最大反应速率到达时间,
  - 失控反应最大反应速率到达时间大于等于 24 小时, 人为处置失控反应有足够的时间, 导致事故发生的概率较低;
  - 失控反应最大反应速率到达时间小于等于 8 小时, 人为处置失控反应的时间不足, 导致事故发生的概率升高。
- b) 化工生产自动化程度的高低,



- c) 操作人员的操作水平和培训情况,
- d) 生产保障系统的故障频率,
- e) 工艺安全管理等。

#### 7.4.7 反应工艺危险度等级指标要求

7.4.1 对反应工艺危险度进行评估, 预测反应失控后事故的严重程度, 可分为以下 5 个等级, 4 个重要的温度参数, 即工艺操作温度  $T_p$ 、技术最高温度 MTT、失控体系最大反应速率到达时间  $TMR_{ad}$  为 24 小时对应的温度  $T_{D24}$ , 以及失控体系可能达到的最高温度 MTSR 作为评价基准, 评估等级的确定应符合表 4 的规定。

表4 反应工艺危险度等级评估指标要求

等级	温度	后果
1	$T_p < MTSR < MTT < T_{D24}$	反应危险性较低。
2	$T_p < MTSR < T_{D24} < MTT$	潜在分解风险。
3	$T_p \leq MTT < MTSR < T_{D24}$	存在冲料和分解风险。
4	$T_p \leq MTT < T_{D24} < MTSR$	冲料和分解风险较高, 潜在爆炸风险。
5	$T_p < T_{D24} < MTSR < MTT$	爆炸风险较高。

7.4.2 对于危险度等级在 3 级及以上的工艺, 应进一步获取失控反应温度、失控反应体系温度与压力的关系、失控过程最高温度、最大压力、最大温度升高速率、最大压力升高速率及绝热温升等参数, 确定相应的风险控制措施。

#### 7.5 风险评估等级指标要求

7.5.1 失控反应安全风险的危险程度由风险发生的可能性和风险带来后果的严重度两个方面决定, 风险分级可分为以下 3 个等级:

- I 级, 可接受风险, 工艺潜在的热危险性是可接受的, 采取常规的控制措施, 并适当提高安全管理和装备水平;
- II 级, 有条件接受风险, 在控制措施落实的条件下, 通过工艺优化、工程、管理上的控制措施, 降低风险等级;
- III 级, 不可接受风险, 常规的技术控制措施不能奏效, 已有工艺不具备工程放大条件, 应通过工艺优化、技术路线的改变, 工程、管理上的控制措施, 降低风险等级, 或采取必要的隔离方式, 全面实现自动控制。

7.5.2 风险评估矩阵以最大反应速率到达时间作为风险发生的可能性，失控体系绝热温升作为风险导致的严重程度，通过组合不同的严重度和可能性等级，对化工反应失控风险进行评估，并按照可接受风险、有条件接受风险和不可接受风险，分别用不同的区域表示。风险评估矩阵参见图 1。

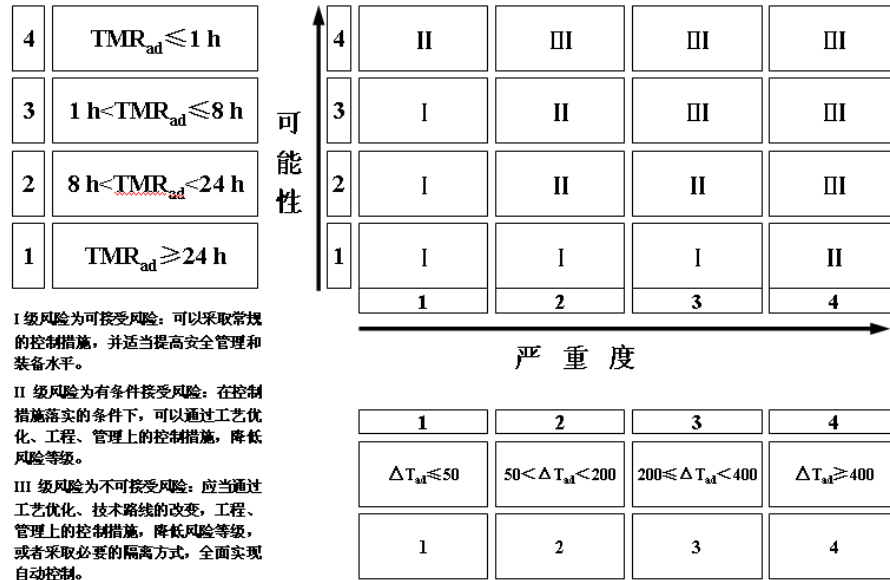


图1 风险评估矩阵

## 8 评估结论及建议

### 8.1 评估结论

反应安全风险评估结论的内容应包括评估结果，确定反应安全风险特征，判断评估对象安全风险可接受的程度，给出事故发生的可能性和严重程度的预测性结论，明确评估对象整体安全风险等级。

### 8.2 措施建议

#### 8.2.1 总体要求

综合反应安全风险评估结果，考虑不同的工艺危险程度，建立相应的控制措施，在设计中体现，并同时考虑厂区和周边区域的应急响应。

8.2.2 反应工艺危险度为 1 级的工艺过程，应采取的措施包括但不限于：

- a) 配置常规的自动控制系统，
- b) 对主要反应参数进行集中监控及自动调节（DCS 或 PLC）。

8.2.3 反应工艺危险度为 2 级的工艺过程，应采取的措施包括但不限于：

- a) 配置常规的自动控制系统，
- b) 对主要反应参数进行集中监控及自动调节，
- c) 设置偏离正常值的报警和联锁控制，
- d) 在非正常条件下有可能超压的反应系统，应设置爆破片和安全阀等泄放设施，
- e) 根据评估建议，设置相应的安全仪表系统。

8.2.4 反应工艺危险度为 3 级的工艺过程，应采取的措施包括但不限于：

- a) 配置常规的自动控制系统，
- b) 对主要反应参数进行集中监控及自动调节，
- c) 设置偏离正常值的报警和联锁控制，
- d) 设置爆破片和安全阀等泄放设施，
- e) 设置紧急切断、紧急终止反应、紧急冷却降温等控制设施，

- f) 根据评估建议, 设置相应的安全仪表系统。
- 8.2.5 反应工艺危险度为4级和5级的工艺过程, 尤其是风险高但必须实施产业化的项目, 应采取的措施包括但不限于:
- 优先开展工艺优化或改变工艺方法降低风险, 如通过微反应、连续流完成反应,
  - 配置常规的自动控制系统,
  - 对主要反应参数进行集中监控及自动调节,
  - 设置偏离正常值的报警和联锁控制,
  - 设置爆破片和安全阀等泄放设施,
  - 设置紧急切断、紧急终止反应、紧急冷却降温等控制设施,
  - 进行保护层分析, 确定控制系统所需要的仪表等级, 并依据要求配置自动控制系统和独立的安全仪表系统。
- 8.2.6 反应工艺危险度达到5级并必须实施产业化的项目, 应采取的措施包括但不限于:
- 在设计时, 应设置在防爆墙隔离的独立空间中,
  - 设置完善的超压泄爆设施, 实现全面自控,
  - 除装置安全技术规程和岗位操作规程中对于进入隔离区有明确规定的, 反应过程中操作人员不应进入所限制的空间内。
- 8.2.7 加(投)料宜采用密闭自动化, 涉及硝化、氯化、氟化、重氮化、过氧化工艺的精细化工生产装置反应工艺危险度被确定为2级及以上的, 生产车间(区域)内同一时间现场操作人员应控制在3人以下。
- 8.2.8 冷却失效时, 如反应体系同时存在物料最大量累积和物料具有最差稳定性的情况, 在考虑控制措施和解决方案时, 应充分考虑反应过程中冷却失效时的初始温度, 安全地确定工艺操作温度。
- 8.2.9 涉及产生易燃易爆气体反应釜(密闭装置)应设置易燃易爆气体浓度在线监测与加(投)料自动断料联锁装置。

## 9 评估结果运用

- 9.1 反应安全风险评估可为企业开发产品提供依据, 在研发阶段提前淘汰工艺危险性大的产品。
- 9.2 将反应安全风险评估作为企业安全管理的重要内容, 新建项目应以反应安全风险评估结果为依据, 开展工艺设计及安全设施设计, 各项安全控制措施落实到位, 已有项目进行反应安全风险评估能及时发现工艺中的安全隐患, 防患于未然。
- 9.3 相关在役装置应根据反应安全风险评估结果, 补充和完善安全管控措施, 及时审查和修订操作规程。
- 9.4 企业应保证设备设施满足反应工艺安全要求, 根据反应安全风险评估情况, 建立关键设备设施清单, 定期开展检查、维护和维修, 确保泄放、冷却、降温等设施和安全仪表等系统的完好、可用。
- 9.5 开展有针对性的岗位操作培训, 使岗位操作人员熟练掌握本岗位反应安全风险, 严格执行岗位操作规程, 不断提升操作技能。
- 9.6 根据反应安全风险评估结果, 制定岗位应急处置方案和事故专项应急预案, 强化定期演练, 提高应急处置能力。
- 9.7 加强精细化工企业安全生产管理, 开展精细化工反应安全风险评估, 完善风险控制措施, 降低安全风险, 提升企业本质安全水平, 提高安全风险防控能力, 有效防范事故。反应安全风险评估结论为政府决策提供依据。
- 9.8 通过工艺优化降低反应安全风险, 使精细化工行业整体安全风险降低。

## 10 评估报告

### 10.1 评估报告总体要求

反应安全风险评估报告文字应简洁、明确, 评估过程科学、规范, 评估结论清晰, 对策建议合理、适用。

### 10.2 评估报告主要内容

反应安全风险评估报告，包括但不限于：

- a) 反应安全风险评估概述，包括评估目的，评估对象，评估范围及评估依据，
- b) 企业概况，包括工艺信息、工艺质控指标、物料、产能规模等，其中工艺信息应包括但不限于下列内容：
  - 物料特性；
  - 物料配比；
  - 反应温度控制范围；
  - 压力控制范围；
  - 反应时间；
  - 加料方式与加料速度等工艺操作条件；
  - 必要的定性和定量控制分析方法等。
- c) 反应安全风险评估，包括物料热稳定性分析、失控反应严重度评估、失控反应发生的可能性评估、反应工艺危险度评估、反应安全风险评估等，
- d) 反应安全风险评估结论及对策措施建议，
- e) 附件。

### 10.3 评估报告附件

反应安全风险评估报告附件，包括但不限于：

- a) 评估使用设备信息，
- b) 评估过程物料溯源。

地方标准信息服务平台

### 参 考 文 献

- [1] 安监总管三（2017）1号 国家安全监管总局关于加强精细化工反应安全风险评估工作的指导意见
- [2] 安委〔2020〕3号 全国安全生产专项整治三年行动计划
- [3] GB/T 51116—2016 医药工程安全风险评估技术标准
- 

地方标准信息服务平台