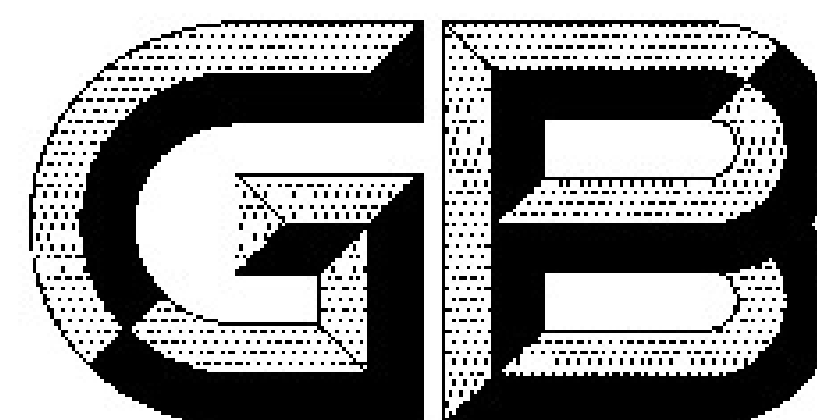




中华人民共和国国家标准

GB/T 41952—2022

萘系染料中间体生产废液处理处置 技术规范

Technical specification of treatment and disposal for waste liquid from
naphthalene dye intermediates

2022-12-30 发布

2023-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国废弃化学品处置标准化技术委员会(SAC/TC 294)归口。

本文件起草单位：深圳市瑞升华科技股份有限公司、无棣德信化工有限公司、中海油天津化工研究院设计院有限公司、石狮市蓝新环保科技有限公司、深圳慧欣环境技术有限公司、潍坊门捷化工有限公司、大柴旦和信科技有限公司、内蒙古美力坚科技化工有限公司、金华水知音检测有限公司。

本文件主要起草人：张小江、王森林、弓创周、许楷洋、尹华泽、刘泉军、阮国胜、薛宏达、朱春莲、赵拓、王海娟、牛柯、郭明英、安晓英、丁灵、张宏强。

萘系染料中间体生产废液处理处置
技术规范

1 范围

本文件规定了萘系染料中间体生产废液处理处置的一般要求、处理处置方法及环境保护要求。
本文件适用于萘系染料中间体生产废液的处理处置。

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 5085.7 危险废物鉴别标准 通则
- GB/T 6009—2014 工业无水硫酸钠
- GB/T 10500—2009 工业硫化钠
- GB 18599 一般工业固体废物贮存和填埋污染控制标准
- HG/T 5907 染料副产硫酸铵
- HJ/T 20 工业固体废物采样制样技术规范
- HJ 298 危险废物鉴别技术规范
- HJ 501—2009 水质 总有机碳的测定 燃烧氧化—非分散红外吸收法
- HJ 828 水质 化学需氧量的测定 重铬酸盐法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

萘系染料中间体 naphthalene dye intermediate

以萘为原料经磺化、硝化、还原、碱熔等生产工艺，得到的以萘磺酸为主体的，用于生产染料、颜料等的中间体产品。

注：包括 H 酸（1-氨基-8-萘酚-3,6-二磺酸）、J 酸（2-氨基-5-萘酚-7-磺酸）、吐氏酸（2-萘胺-1-磺酸）、氨基 K 酸（2-萘胺-3,6,8-三磺酸）、1 萘酚、2 萘酚等。

3.2

废水络合萃取分离技术 separation technology by complexation extraction for waste water

针对废水中存在的污染物特定基团，采用相应络合剂与特定基团络合，并利用络合剂与废水的互不相溶性，有效地将络合物从废水中分离出来，除去废水中萘系有机物。

3.3

机械式蒸汽再压缩蒸发浓缩结晶技术 mechanical vapor recompression evaporation concentrated crystallization technology

通过机械式蒸汽再压缩（MVR）技术对已除去有机物的废水进行蒸发浓缩，使盐分结晶析出。

3.4

盐资源化技术 salt resource recovery technology

采用高温氧化、吸附、重结晶或转化等技术,将结晶盐经过无害化、资源化处理,得到成品盐再利用。

4 一般要求

4.1 萘系染料中间体生产废液的检测分析要求

对萘系染料中间体生产废液进行处理之前,应先鉴别和检测,确定资源化处理处置工艺,具体步骤如下:

- 了解染料中间体生产工艺,分析检测萘系染料中间体生产废液,掌握有机物、衍生物分子结构以及各组分数据;
- 依据特定基团结构,选择并配制络合剂,根据有机物含量,计算最佳萃取配比;
- 根据《国家危险废物名录(2021年版)》或 GB 5085.7 认定具有危险特性的废物,按照 HJ 298 进行采样,一般废物按照 HJ/T 20 的规定进行采样,记录并报告详细的采样信息;
- 萘系染料中间体生产废液中有机物的检测应按照 HJ 828 描述的方法进行。

4.2 处理处置管理要求

4.2.1 萘系染料中间体生产废液处理处置管理机构,应建立健全各项管理制度并配有专职人员,相关人员均应进行有关废水处理的相关知识及技能的培训。

4.2.2 处理处置现场的一般废物的贮存设施应符合 GB 18599 的规定。

4.2.3 萘系染料中间体生产废液在处理处置现场可采用机械、气力等输送装备或车辆输送、转运,全程应有防扬尘、防异味散发、防泄漏等技术措施。

5 处理处置方法

5.1 方法提要

利用机械式蒸汽再压缩蒸发浓缩结晶技术,首先将萘系染料中间体生产废液调节至合适的 pH,利用废水络合萃取分离技术萃取有机相,再反萃取得到有机相用于建筑行业减水剂(或其他行业助剂)的原料,或焚烧处置;萃取后的无机相进行 pH 调节后,进行盐资源化技术处理,先进入 MVR(或多效蒸发)系统蒸发浓缩、过滤、烘干,得到固体盐;或将 MVR(或多效蒸发)系统蒸发浓缩、过滤后固体盐经高温氧化(铵盐除外),再加水溶解,加沉淀剂沉淀重金属离子后,过滤、蒸发结晶、再过滤、烘干,制得工业无机盐产品(硫酸铵、硫酸钠等);硫酸钠、亚硫酸钠固体盐也可添加碳或煤,预混,在高温下分解有机物,再经溶解、沉降、浓缩、切片,制得工业硫化钠产品。

5.2 工艺流程

5.2.1 减量化

萘系染料中间体生产废液经过分析检测后,当盐浓度不小于 0.5% 时,进行过滤等预处理,过滤废渣进入废渣处理处置系统进行处置。废液中的有机相采用废水络合萃取分离技术,先在过滤后萘系染料中间体废液中加入药剂,调节废液 pH 至 6~10,加萃取剂进行有机相萃取后,再加入反萃剂进行反萃,得到有机相用于制造建筑行业减水剂(其他行业助剂)的原料,或进行焚烧处置,达标排放;萃取后无机相,加入药剂,调节至一定的 pH 后,进行 MVR(或多效蒸发)蒸发浓缩,再经过滤、烘干,得到固体盐。萘系染料中间体生产废液减量化处理处置工艺流程见图 1。

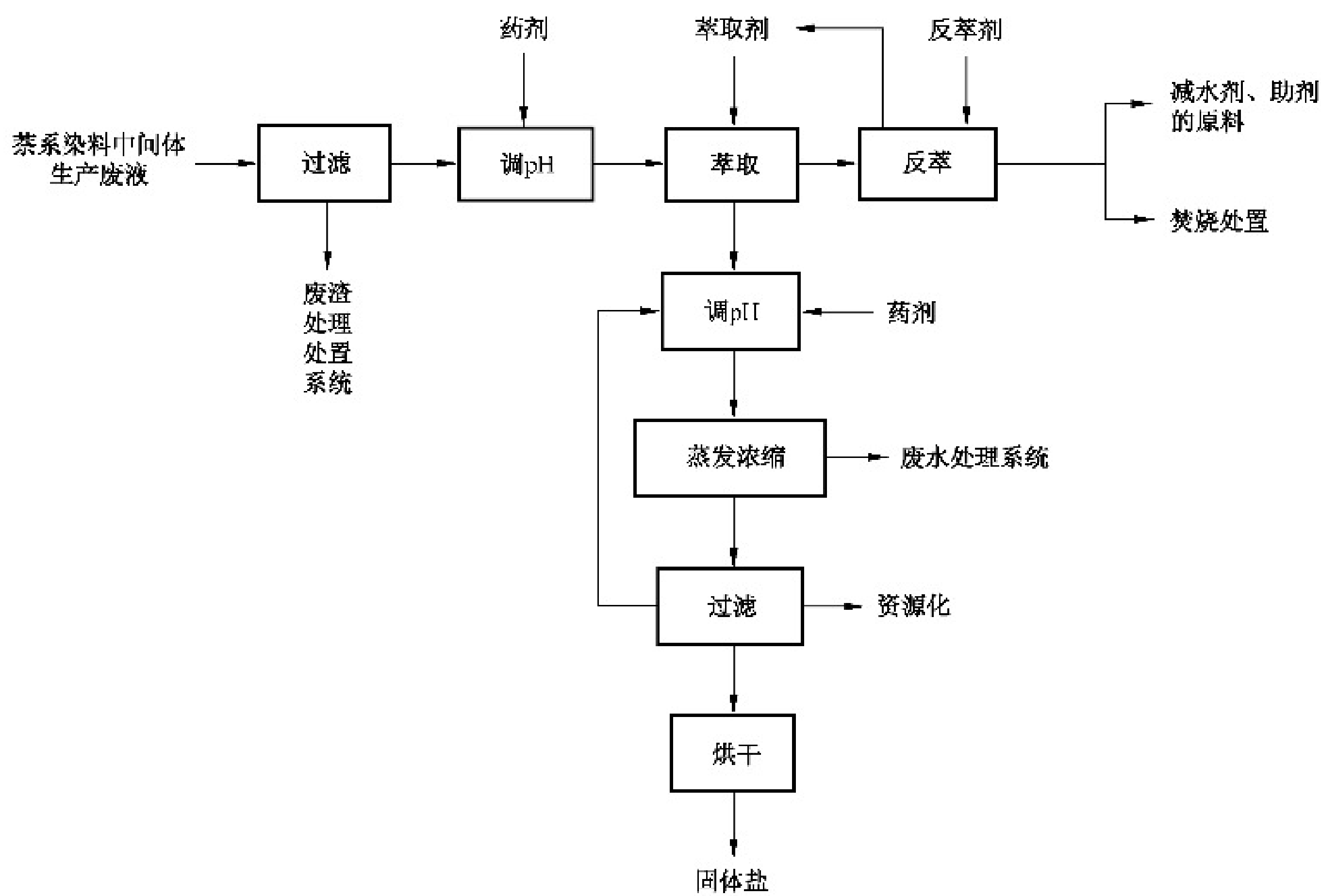


图 1 萘系染料中间体生产废液减量化处理处置工艺流程

5.2.2 资源化

5.2.2.1 生产无机盐产品

采用盐资源化技术,将经 MVR(或多效蒸发)系统蒸发浓缩、过滤得到的粗盐(铵盐除外)在 650 ℃ 以上高温条件下氧化分解有机物,再加水重新溶解,加入一定量硫化钠溶液沉淀重金属杂质离子,过滤除去不溶物,溶液再经蒸发结晶、过滤、烘干,制得无机盐产品。生产无机盐工艺流程见图 2。

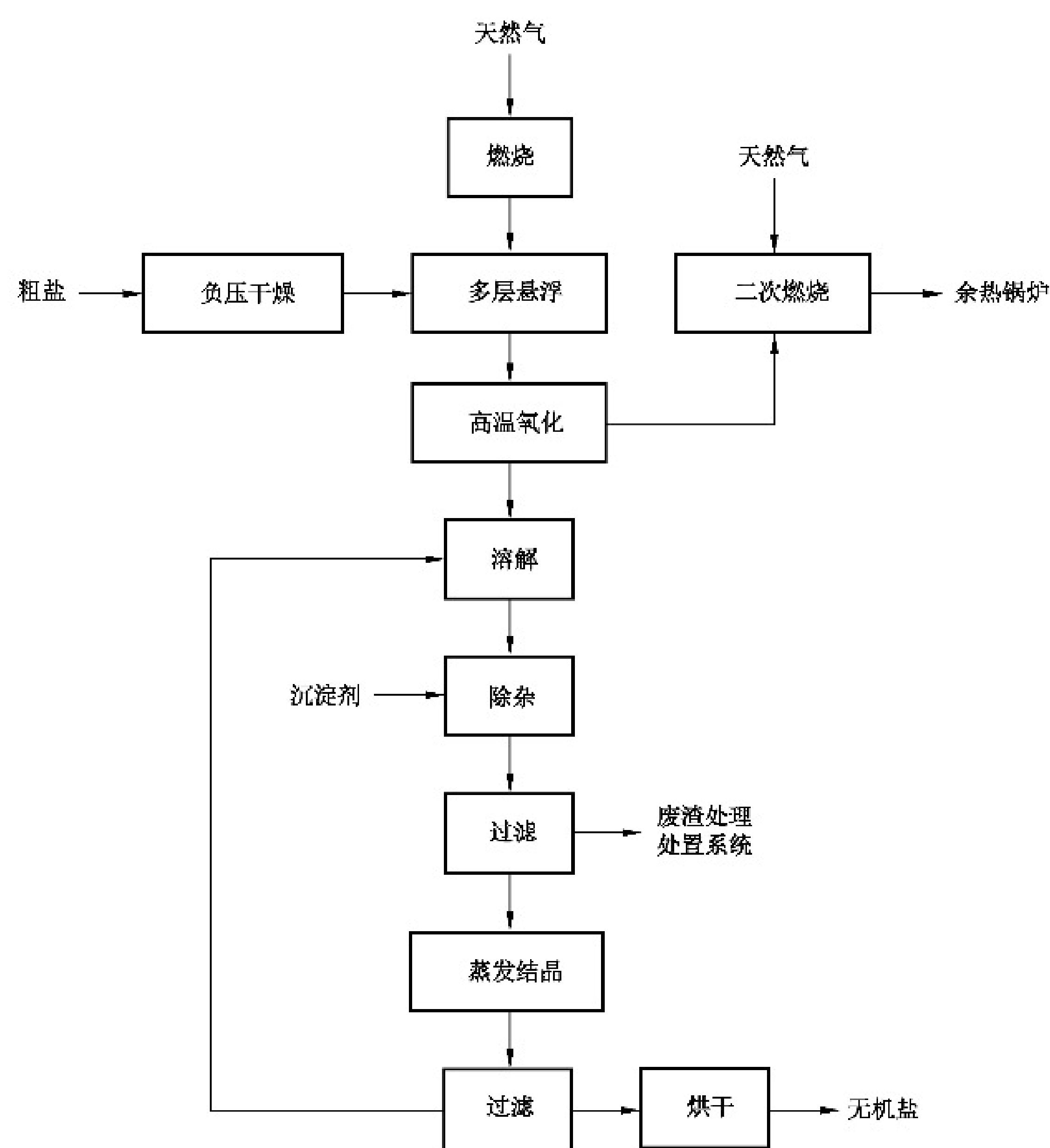


图 2 萘系染料中间体生产废液生产无机盐工艺流程

5.2.2.2 无机盐产品再加工

在 MVR(或多效蒸发)系统蒸发浓缩、过滤后的硫酸钠、亚硫酸钠中加入碳或煤,进行预混后,在 1 200 ℃左右温度条件下高温分解有机物,再经溶解、沉降、浓缩、切片,制得硫化钠产品。生产硫化钠工艺流程见图 3。

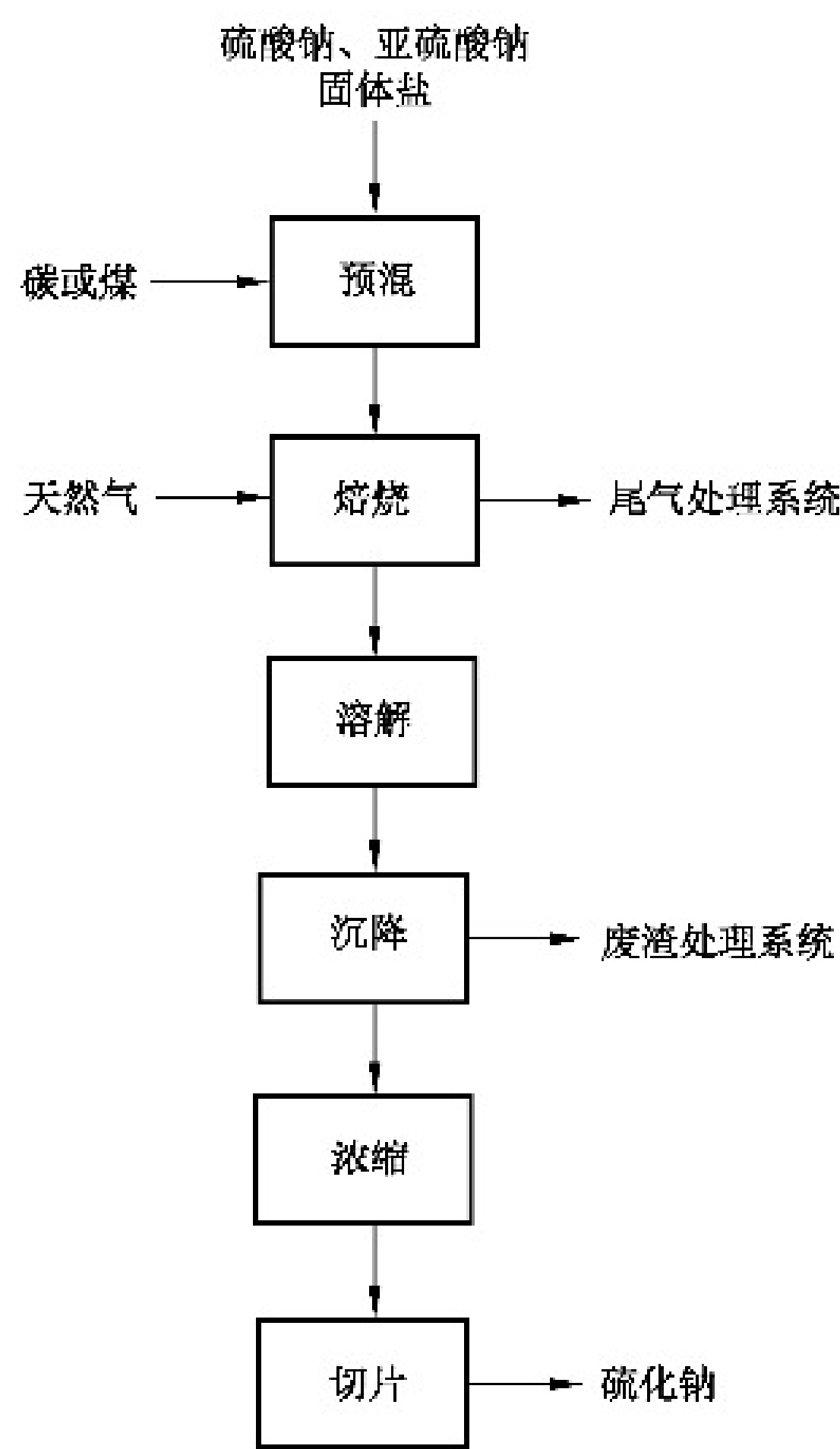


图 3 萘系染料中间体生产废液无机盐产品再加工工艺流程

5.3 主要设备

pH 调节罐、换热器、萃取塔、反萃塔、贮罐、中和罐、MVR(或多效蒸发)系统、离心机、气液分离器、负压干燥设备、燃烧炉、多层悬浮设备、高温燃烧炉、造粒设备等。

5.4 控制条件

- 工艺控制参数如下：
- 萃取温度：40℃～60℃；
 - 萃取油水比：1：(1～4)；
 - 高温氧化温度：不低于 650℃；
 - 硫化钠生产焙烧温度：约 1 200℃。

5.5 处理结果

- 5.5.1 萘系染料中间体生产废液处理处置后，废液的化学需氧量(COD)去除率不小于 95%，萃取时萃取率不小于 90%。
- 5.5.2 建筑行业生产减水剂、助剂的原料，应符合建筑行业使用要求，其中：有机物(萘磺酸系列)含量不小于 30%，固含量 40%～45%。
- 5.5.3 处理处置后制得的无机盐产品：硫酸铵应符合 HG/T 5907 的要求，硫化钠应符合 GB/T 10500—2009 第 5 章表 1 中 2 类一等品的要求。
- 5.5.4 硫酸钠指标要求及试验方法见表 1。

表 1 硫酸钠指标要求及试验方法表

项 目	指标	试验方法
硫酸钠(Na_2SO_4) $w/\%$	$\geq$ 98.0	GB/T 6009—2014 第 6 章规定的方法
水不溶物 $w/\%$	$\leq$ 0.10	
钙和镁(Mg) $w/\%$	$\leq$ 0.30	
氯化物(以 Cl 计) $w/\%$	$\leq$ 0.70	
铁(Fe) $w/\%$	$\leq$ 0.010	
水分 $w/\%$	$\leq$ 0.5	
白度(R457)/%	$\geq$ 82	HJ 501—2009 中 3.2 规定的方法
总有机碳(TOC) $w/\%$	$\leq$ 0.002	

6 环境保护要求

在萘系染料中间体生产废液处理处置过程中,产生的废水、废气、废渣,应根据自身条件进行无害化处理处置,具体要求如下。

- 应对处理处置过程中产生的废水进行综合处理后,能循环使用的送至生产工艺,不能循环的,依据国家、行业或地方标准的规定达标排放。
- 应对处理处置过程中产生的废气,采用专业的喷淋吸收,依据国家、行业或地方标准的规定达标排放。
- 应对处理处置过程中产生的废渣,根据自身条件进行深度处理。不能处理的,依据 GB 5085.7 的规定进行鉴别,属于危险废物的,交由有资质的专业危险废物处理机构进行处理;属于一般固体废物的,依据 GB 18599 的规定进行处置。

参 考 文 献

[1] 生态环境部、国家发展和改革委员会、公安部、交通运输部、国家卫生健康委员会部令第 15 号，
国家危险废物名录(2021 年版)
