

ICS 83.202

CCS G 32

DB63

青海省地方标准

DB63/T 2136—2023

聚氯乙烯树脂生产技术联合法

2023-06-01 发布

2023-08-01 实施

青海省市场监督管理局 发布

目 次

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 总体要求 2

5 工艺流程 2

 5.1 流程简述 2

 5.2 流程图 2

6 关键工艺控制 3

 6.1 原料 3

 6.2 混合脱水 4

 6.3 氯乙烯制备 5

7 聚氯乙烯树脂制备 5

 7.1 聚合 5

 7.2 产品质量 6

附录 A（规范性）氯化氢气体纯度的测定 7

 A.1 原理 7

 A.2 仪器 7

 A.3 试剂 7

 A.4 分析步骤 7

 A.5 数据处理 7

 A.6 废液处理 7

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。

本文件由青海汇信资产管理有限责任公司提出。

本文件由青海省工业和信息化厅归口。

本文件起草单位：青海盐湖镁业有限责任公司、青海汇信资产管理有限责任公司、青海盐湖工业股份有限公司、中国科学院青海盐湖研究所、海西州盐化工产品质量检验检测中心。

本文件主要起草人：刘国建、王石军、蔡生吉、康金福、宋昌斌、车永林、蔡生贵、姜旭敏、程延龙、王顺强、沈晓丰、马萍玲、李广伍、安永太、秦军、马珍、张慧芳、赵枝刚。

本文件由青海省工业和信息化厅监督实施。

引 言

本文件的发布机构提请注意，声明符合本文件时，可能涉及到一种聚氯乙烯树脂的联合生产系统及方法相关的专利的使用。

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，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：青海盐湖工业股份有限公司

地址：青海省海西蒙古族藏族自治州格尔木市黄河路28号

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。

聚氯乙烯树脂生产技术联合法

1 范围

本文件规定了以乙烯、乙炔为主要原料联合生产聚氯乙烯树脂的术语与定义、总体要求、工艺流程、关键工艺控制及聚氯乙烯树脂制备。

本文件适用于以乙烯、乙炔为主要原料采用联合法生产聚氯乙烯树脂。

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 150 （所有部分）压力容器
- GB/T 320 工业用合成盐酸
- GB/T 606 化学试剂水分测定通用方法卡尔·费休法
- GB/T 3049 工业用化工产品铁含量测定的通用方法1，10-菲罗啉分光光度法
- GB/T 5138 工业用液氯
- GB/T 5761 悬浮法通用型聚氯乙烯树脂
- GB/T 5832.1 气体分析微量水分的测定第1部分：电解法
- GB/T 6285 气体中微量氧的测定电化学法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格及试验方法
- GB 6819 溶解乙炔
- GB/T 7715 工业用乙烯
- GB/T 12801 生产过程安全卫生要求总则
- GB/T 20801 （所有部分）压力管道规范工业管道
- GB/T 29639 生产经营单位生产安全事故应急预案编制导则
- GB 50235 工业金属管道工程施工规范
- GB 50236 现场设备、工业管道焊接工程施工规范
- HG/T 3941 工业用液氯水分含量的测量电量法
- HG/T 3945 氯乙烯单体有机杂质含量的测定
- HG/T 30026 聚氯乙烯生产安全技术规范
- HJ 476 清洁生产氯碱工业（聚氯乙烯）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

联合法

分别采用乙烯和乙炔为主要原料，并利用副产氯化氢、合成氯化氢和解析氯化氢混合脱水后，在装有氯化汞触媒的转化器中反应制备粗氯乙烯，精制后聚合产出聚氯乙烯树脂的生产工艺。

注1：副产氯化氢指乙烯法生产聚氯乙烯树脂工艺中的二氯乙烷在480℃~490℃条件下裂解后得到的氯化氢气体。

注2：合成氯化氢指乙炔法生产聚氯乙烯树脂工艺中氯气与氢气按一定的比例配比后发生反应得到的氯化氢气体。

注3：解析氯化氢指乙炔法生产聚氯乙烯树脂工艺中产生的废盐酸进行解析得到的氯化氢气体。

4 总体要求

- 4.1 生产人员应进行专业技能培训 and 安全生产教育，经考核取得岗位安全资格证后，方可上岗操作。
- 4.2 压力容器的设计、制造、安装、使用、校验、修理和改造，应符合 GB/T 150 的规定。
- 4.3 管道的施工、验收及焊接应符合 GB 50235 和 GB 50236 的规定。
- 4.4 管道压力试验合格后，应按照 GB/T 20801 和设计文件的规定进行吹扫或者清洗，吹扫应设置禁区。
- 4.5 氯乙烯生产系统的安全卫生条件应符合 GB/T 12801 的规定。
- 4.6 聚氯乙烯安全生产应符合 HG/T 30026 规定。
- 4.7 氯乙烯生产、储存和使用单位应制定氯乙烯泄漏应急预案，预案编制应符合 GB/T 29639 的规定。
- 4.8 原料应检验合格后投料。
- 4.9 联合法生产聚氯乙烯树脂清洁生产应符合 HJ 476 中的相关要求。

5 工艺流程

5.1 流程简述

乙烯和氯气在含有二氯乙烷溶液的高温和低温直接氯化反应器中反应生成粗二氯乙烷，经脱除高沸物后制得精二氯乙烷，再经裂解反应生成氯乙烯和氯化氢。氯化氢送入乙炔法聚氯乙烯树脂生产装置，与合成氯化氢和解析氯化氢混合脱水后在含有氯化汞触媒的反应器中与乙炔反应生成粗氯乙烯，经过压缩、脱水、精馏，除去水分及高低沸物后制得聚合级的氯乙烯，通过聚合、汽提干燥后产出聚氯乙烯树脂。

5.2 流程图

联合法生产聚氯乙烯树脂工艺流程见图1。

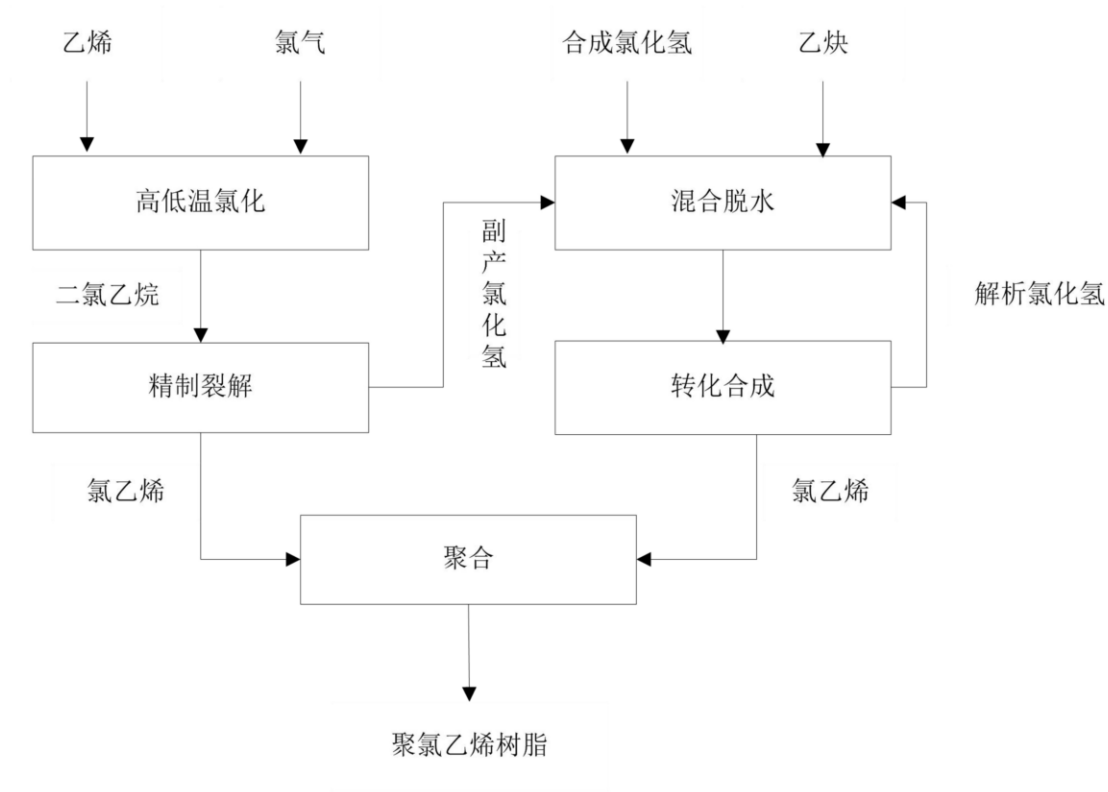


图1 联合法生产聚氯乙烯树脂工艺流程图

6 关键工艺控制

6.1 原料

6.1.1 乙烯

应符合GB/T 7715优等品要求。

6.1.2 氯气

技术指标应符合表1要求。

表1 氯气技术指标

项目	指标	检测方法
氯气的体积分数/%	≥93.05	GB/T 5138
三氯化氮的质量分数/%	≤0.002	GB/T 5138
水的质量分数/%	≤0.005	HG/T 3941

6.1.3 乙炔

技术指标应符合表2要求。

表 2 乙炔技术指标

项目	指标	检测方法
乙炔的体积分数/%	≥98.5	GB/T 6819
氧的体积分数/%	<0.3	GB/T 6285
S、P含量	要求硝酸银试纸不变色	GB/T 6819

6.1.4 氯化氢

6.1.4.1 副产氯化氢

技术指标应符合表3要求。

表 3 副产氯化氢技术指标

项目	指标	检测方法
氯化氢的体积分数/%	≥99.85	按附录A

6.1.4.2 合成氯化氢

技术指标应符合表4要求。

表 4 合成氯化氢技术指标

项目	指标	检测方法
氯化氢的体积分数/%	91~93	按附录A
游离氯/%	未检出	GB/T 320

6.1.4.3 解析氯化氢

技术指标应符合表5要求。

表 5 解析氯化氢技术指标

项目	指标	检测方法
氯化氢的体积分数/%	≥95	按附录A

6.2 混合脱水

6.2.1 气体混合

6.2.1.1 副产氯化氢经氯化氢塔精制，由氯化氢换热器换热至（10±5）℃后，送入乙炔法聚氯乙烯装置氯化氢缓冲罐，将压力缓冲至 30 KPa~40 KPa 后进入氯化氢总管。

6.2.1.2 合成氯化氢由循环水冷却至 35℃以下送至氯化氢冷却器，再由 7℃水冷却脱水后并入氯化氢总管。

6.2.1.3 解析氯化氢自石墨解析塔塔釜温度 110℃~120℃工况下解析出的氯化氢并入氯化氢总管。

6.2.2 气体脱水

进入氯化氢总管的副产氯化氢、合成氯化氢和解析氯化氢，在混合器中与乙炔气按一定比例混合后进入一、二级石墨冷却器，与来自冷冻站的-35℃盐水进行热交换，充分除去混合气中的水分，最后经浓硫酸干燥，脱水后混合气中含水量应小于100 mL/m³，其含量按照 GB/T 5832.1测定。

6.2.3 关键工艺参数

6.2.3.1 C₂H₂:HCl=1:1.05~1:1.1（体积比）。

6.2.3.2 混合器内温度：15℃~40℃。

6.3 氯乙烯制备

6.3.1 氯乙烯合成

氯化氢与乙炔混合脱水进入转化器，在氯化汞触媒的作用下，反应完成经水洗、碱洗、压缩后，送至精馏工序精制得到氯乙烯。

6.3.2 关键工艺参数

6.3.2.1 转化器反应温度为90℃~155℃。

6.3.2.2 低沸塔塔顶压力为（0.5±0.05）MPa。

6.3.2.3 低沸塔塔釜温度为（42±3）℃。

6.3.2.4 高沸塔塔顶压力为（0.28±0.05）MPa。

6.3.2.5 高沸塔塔釜温度为（30±5）℃。

6.3.3 技术指标

氯乙烯技术指标应符合表6要求。

表 6 氯乙烯技术指标

项目	指标	检测方法
氯乙烯质量分数/%	≥99.9	HG/T 3945
乙炔/mg/kg	≤5	HG/T 3945
高沸物/mg/kg	≤30	HG/T 3945
铁/mg/kg	≤1	GB/T 3049
水/mg/kg	≤100	GB/T 606

7 聚氯乙烯树脂制备

7.1 聚合

根据产品配方将氯乙烯、脱盐水、分散剂和引发剂等，按聚合工艺包要求，由计算机控制加入聚合釜。聚合反应达到设计的转化率时，自动加入终止剂终止反应。

注：聚合工艺包由聚合工艺专利商提供。

7.2 产品质量

产品应符合GB/T 5761质量要求。

附 录 A (规范性) 氯化氢气体纯度的测定

A.1 原理

利用氯化氢易溶于水的特性，用纯水做吸收剂，根据通气前后的溶液体积变化测出氯化氢体积百分数。

A.2 仪器

A.2.1 双头量气管：100mL。

A.2.2 水准瓶：250mL。

A.3 试剂

实验室用水应符合GB/T 6682三级水要求。

A.4 分析步骤

将双头量气管的气体取样阀用乳胶管与氯化氢气体取样口连接，打开双头量气管和氯化氢气体取样阀，排气约2 min，关闭取样阀，再同时关闭双头量气管的上下活塞，旋转上活塞一周以平衡内外压力。打开下部通水准瓶的活塞，使溶液进入量气管中，轻摇量气管，待吸收完全后，直接读取刻度。

A.5 数据处理

A.5.1 氯化氢体积百分数按式（A.1）计算：

$$\varphi = \frac{V}{100} \times 100 \text{ (A.1)}$$

式中：

φ ——氯化氢气体的体积浓度，以%表示；

V ——双头量气管读数，mL。

A.5.2 氯化氢浓度计算结果保留小数点后两位，取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对误差不大于0.5%。

A.6 废液处理

缓慢打开双头量气管底部开关，将吸收完的废酸倒入过量的碳酸钠或氢氧化钠溶液中进行中和，PH值达到6~9后方可排放。