

团 体 标 准

T/ACCEM XXXX-XXXX

羧基丁苯胶乳生产工艺要求

Production process requirements for carboxylated styrene-butadiene
latex

(征求意见稿)

20XX-XX-XX 发布

20XX-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 基本要求 1

5 生产工艺流程 3

6 质量控制 5

7 安全与环保要求 6

8 记录与档案管理 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。

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。

本文件由濮阳蓝星新材料有限公司提出。

本文件由中国商业企业管理协会归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：×××

羧基丁苯胶乳生产工艺要求

1 范围

本文件规定了羧基丁苯胶乳生产工艺的基本要求、生产工艺过程、质量控制、安全与环保要求、记录与档案管理。

本文件适用于以丁二烯、苯乙烯、不饱和羧酸等为主要原料，通过乳液聚合方法生产羧基丁苯胶乳的工艺过程。

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 8298-2017 胶乳 总固体含量的测定
GB/T 9724-2007 化学试剂 pH 值测定通则
GB/T 11175-2021 合成树脂乳液试验方法
GB/T 12008.7-2010 塑料 聚醚多元醇 第7部分：粘度的测定
GB 12268-2012 危险货物品名表
GB 13690-2009 化学品分类和危险性公示 通则
GB 15603-2022 危险化学品仓库储存通则
GB 16297-1996 大气污染物综合排放标准

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

羧基丁苯胶乳 carboxylated styrene-butadiene latex

由丁二烯、苯乙烯在乳化剂以及引发剂的作用下，经乳液聚合生成，并适量引入羧基单体实施共聚改性而得的胶乳。

4 基本要求

4.1 原料要求

4.1.1 丁二烯

应符合相应国家标准或行业标准的要求，纯度不小于 99.5%，杂质含量应符合相关规定，外观为无色透明液体，无可见杂质。

4.1.2 苯乙烯

应符合相应国家标准或行业标准的要求，纯度不小于 99.6%，聚合物含量不大于 0.001%，外观为无色透明油状液体，无明显颜色和杂质。

4.1.3 不饱和羧酸

应符合相应国家标准或行业标准的要求，纯度不小于 99.0%，阻聚剂含量符合规定范围，外观为无色透明液体，无浑浊和杂质。

4.1.4 乳化剂

应根据生产工艺要求选择合适的乳化剂，如阴离子型乳化剂、非离子型乳化剂或复合乳化剂等，其质量应符合相应标准要求，有效成分含量稳定，能在聚合过程中起到良好的乳化和稳定作用。

4.1.5 引发剂

应选用适合乳液聚合的引发剂，如过硫酸盐类、氧化还原引发体系等，其质量应符合相应标准要求，活性稳定，分解温度和半衰期满足工艺条件，外观无变质现象。

4.1.6 其他助剂

分子量调节剂、缓冲剂、螯合剂等，应符合相应标准要求，纯度和杂质含量满足工艺要求，能有效调节聚合反应过程和产品性能。

4.2 人员要求

4.2.1 操作人员

应经过专业培训，熟悉羧基丁苯胶乳生产工艺流程、设备操作方法和安全注意事项，具备相应的操作技能和应急处理能力，取得相关岗位操作证书后方可上岗。

4.2.2 质检人员

应具备化学分析、仪器操作等专业知识和技能，熟悉羧基丁苯胶乳质量检验标准和方法，能够准确进行各项质量指标的检测和数据处理，取得相关质量检验证书。

4.2.3 技术管理人员

应具备高分子化学、化工工艺等相关专业知识，熟悉羧基丁苯胶乳生产技术和行业发展动态，能够对生产过程进行技术指导和管理工作，解决生产中出现的技术问题。

4.3 设备要求

4.3.1 聚合反应釜

4.3.1.1 应具备良好的搅拌性能，能保证物料在反应过程中充分混合均匀，搅拌转速可调节。

4.3.1.2 应具有可靠的温度控制系统，控温精度应达到 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.3.1.3 应具备良好的密封性能，能承受聚合反应所需的压力，压力控制精度应达到 $\pm 0.05\text{ MPa}$ 。

4.3.1.4 材质应符合耐腐蚀性要求，防止物料与设备发生化学反应。

4.3.2 计量设备

计量罐、流量计等，应具有足够的精度，计量误差应控制在 $\pm 0.5\%$ 以内，能准确计量各种原料的投入量，并定期进行校准和维护。

4.3.3 换热设备

冷凝器、换热器等，应具备良好的换热性能，能满足聚合反应过程中热量交换的需求，保证反应温度的稳定控制。

4.3.4 脱气设备

脱气釜、真空泵等，应能有效去除胶乳中的未反应单体和挥发性物质，脱气效果应使胶乳中残留单体含量达到规定指标以下。

4.3.5 过滤设备

过滤器、筛网等，应能有效去除胶乳中的杂质和凝聚物，保证产品的纯净度，过滤精度应根据产品质量要求进行选择和控制。

4.3.6 输送设备

泵、管道等，应根据物料的性质和输送要求进行选择，具备良好的耐腐蚀性和密封性，能保证物料在生产过程中的顺畅输送，无泄漏现象。

5 生产工艺流程

5.1 生产工艺流程

生产工艺流程见图 1 所示。

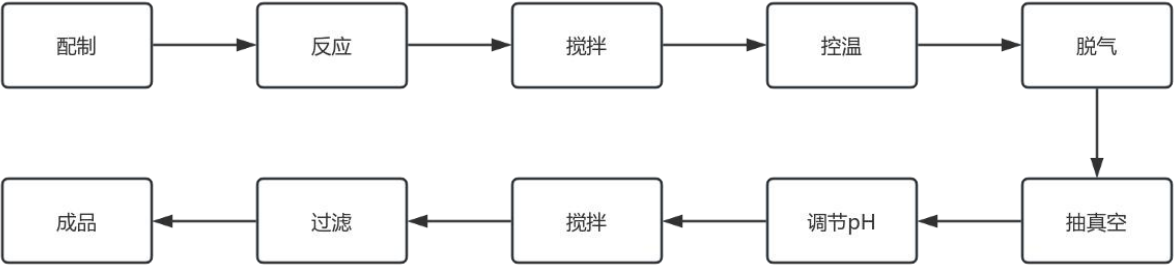


图 1 生产工艺流程图

5.2 原料准备

5.2.1 原料储存

- 5.2.1.1 各种原料应按照其性质和危险特性，分别储存在符合 GB 15603-2022 要求的专用储罐或仓库中。
- 5.2.1.2 储存场所应保持通风良好，温度、湿度等环境条件符合原料储存要求。
- 5.2.1.3 对易燃易爆原料，应采取相应的防火、防爆措施。

5.2.2 原料计量

按照生产配方要求，使用经校准合格的计量设备，准确称取或量取丁二烯、苯乙烯、不饱和羧酸、乳化剂、引发剂、分子量调节剂、缓冲剂、螯合剂等原料。计量过程中应严格遵守操作规程，确保计量准确无误。

5.3 聚合反应

5.3.1 聚合配制

5.3.1.1 将计量好的乳化剂、部分去离子水加入配皂釜中，搅拌均匀，配制成乳化剂溶液。

5.3.1.2 将计量好的引发剂、部分去离子水加入引发剂配制罐中，搅拌溶解，配制成引发剂溶液。

5.3.1.3 将计量好的缓冲剂、螯合剂等助剂加入适量去离子水中，搅拌溶解，配制成助剂溶液。

5.3.2 聚合反应操作

聚合反应按下列操作步骤进行：

- 将配好的乳化剂溶液、部分苯乙烯、不饱和羧酸、分子量调节剂等加入聚合反应釜中，开启搅拌，升温至 70 ℃；
- 在搅拌条件下，通过计量泵缓慢滴加丁二烯和剩余的苯乙烯，同时滴加引发剂溶液，控制滴加速度，使反应温度维持在设定的反应温度范围内，一般为 80 ℃ ± 1 ℃；
- 反应过程中应密切监控反应温度、压力、搅拌转速等参数，根据反应情况及时调整原料滴加速度和其他操作条件，确保反应平稳进行；
- 当转化率达到 95% 以上时，停止滴加原料和引发剂，继续搅拌反应一段时间，使反应充分完成。

5.4 脱气处理

脱气处理按下列操作步骤进行：

- 将聚合反应完成后的胶乳通过泵输送至脱气釜中，开启脱气釜的搅拌装置，同时开启真空泵，对胶乳进行脱气处理，调节 pH 值为 7；
- 脱气过程中可根据需要加入适量的消泡剂，防止胶乳在脱气过程中产生泡沫；
- 脱气温度控制在 50 ℃ - 70 ℃，真空度控制在 0.06 MPa - 0.08 MPa，脱气时间根据胶乳的性质和脱气效果确定，一般为 1 h - 2 h，使胶乳中的残留单体含量降低至规定指标以下。

5.5 后处理

5.5.1 过滤

将脱气后的胶乳通过过滤器进行过滤，去除胶乳中的杂质和凝聚物。过滤器的过滤精度应根据产品质量要求进行选择，采用 200 目 - 300 目筛网，确保产品的纯净度。

5.5.2 中和

根据产品的 pH 值要求，向过滤后的胶乳中加入适量的碱液（如氢氧化钠溶液）进行中和，调节胶乳的 pH 值至 8.0 - 9.0，使胶乳的性能更加稳定。中和过程中应搅拌均匀，确保 pH 值调节准确。

5.5.3 成品调配

根据产品的质量标准 and 客户需求，对中和后的胶乳进行成品调配，可加入适量的去离子水、助剂等，调整胶乳的固含量、粘度等指标，使其符合产品质量要求。调配过程中应充分搅拌均匀，保证产品质量的一致性。

5.5.4 包装

将调配好的羧基丁苯胶乳通过输送设备装入符合相关标准要求的包装容器中,包括塑料桶、铁桶等。包装过程中应注意防止胶乳泄漏和混入杂质,包装容器应密封良好,并贴上产品标签,注明产品名称、规格、生产日期、保质期、生产厂家等信息。

6 质量控制

6.1 质量检验

6.1.1 外观

观察胶乳的颜色、状态,应呈均匀的乳白色液体,无明显分层、沉淀和杂质。

6.1.2 固含量

按照 GB/T 8298-2017 规定的方法进行测定,固含量为 45% - 55%,应符合产品质量标准要求。

6.1.3 粘度

采用旋转粘度计,按照 GB/T 12008.7-2010 规定的方法进行测定,粘度为 50 mPa·s - 500 mPa·s,应符合产品质量标准要求。

6.1.4 pH 值

使用 pH 计,按照 GB/T 9724-2007 规定的方法进行测定,pH 值应控制在 8.0 - 9.0 范围内。

6.1.5 粒径

采用激光粒度分析仪等仪器进行测定,胶乳粒径为 100 nm - 300 nm,应符合产品质量标准要求。

6.1.6 残留单体含量

采用气相色谱法等方法进行测定,丁二烯残留量不大于 0.1%、苯乙烯残留量不大于 0.1%,残留单体含量应符合相关标准要求。

6.1.7 凝聚物含量

按照 GB/T 11175-2021 规定的方法进行测定,凝聚物含量不大于 0.1%,应符合产品质量标准要求。

6.2 质量检验频率

每批次产品均应进行外观、固含量、粘度、pH 值等常规项目的检验。对于粒径、残留单体含量、凝聚物含量等项目,应根据生产工艺稳定性和产品质量情况,定期进行抽检,每周至少抽检一次。如果生产工艺发生重大变化或产品质量出现异常情况,应及时增加检验频率。

6.3 不合格品处理

经检验不合格的产品,应按照不合格品管理制度进行标识、隔离和处理。对于可返工的不合格品,应制定返工方案,经重新加工处理后,再次进行检验,合格后方可放行;对于不可返工的不合格品,应按照相关规定进行报废处理,防止不合格品流入市场。

7 安全与环保要求

7.1 安全要求

7.1.1 危险化学品管理

7.1.1.1 丁二烯、苯乙烯等原料属于危险化学品，应严格按照 GB 12268-2012、GB 13690-2009 等标准的要求进行管理。

7.1.1.2 储存和使用危险化学品的场所应设置明显的安全警示标志，配备必要的消防器材和防护设施。

7.1.1.3 操作人员应经过专门的危险化学品安全培训，了解危险化学品的性质、危害和应急处理方法，严格遵守操作规程，防止发生火灾、爆炸、中毒等事故。

7.1.2 防火防爆

7.1.2.1 聚合反应釜、原料储罐、输送管道等设备和设施应采取有效的防火防爆措施，可安装阻火器、安全阀、静电接地装置等。

7.1.2.2 生产车间应保持良好的通风，防止易燃易爆气体聚集。

7.1.2.3 严禁在生产场所内吸烟和使用明火，动火作业应严格按照动火审批制度执行。

7.1.3 职业健康防护

7.1.3.1 为操作人员配备符合国家标准的个人防护用品，如工作服、安全帽、防护手套、防护眼镜、防毒面具等，防止操作人员接触有毒有害物质，受到职业伤害。

7.1.3.2 定期组织操作人员进行职业健康检查，建立职业健康档案，及时发现和处理职业健康问题。

7.1.4 应急管理

7.1.4.1 应制定完善的安全生产事故应急预案，针对可能发生的火灾、爆炸、泄漏、中毒等事故，明确应急组织机构、应急响应程序、应急救援措施等内容。

7.1.4.2 定期组织应急演练，提高员工的应急处置能力。在生产场所设置应急救援器材和设备，如灭火器、消防水带、急救箱、洗眼器等，并定期进行维护和保养，确保其处于良好状态。

7.2 环保要求

7.2.1 废气处理

聚合反应过程中产生的未反应单体、挥发性有机物等废气，应通过冷凝回收、吸附、燃烧等方法进行处理，确保废气达标排放。废气排放应符合 GB 16297-1996 等相关大气污染物排放标准的要求。

7.2.2 废水处理

生产过程中产生的废水，如设备清洗水、地面冲洗水等，应进行分类收集和处理。废水中含有丁二烯、苯乙烯等有机物，应采用生化处理、物化处理等方法进行处理，去除废水中的污染物，使其达到国家或地方规定的废水排放标准后，方可排放或回用。

7.2.3 固体废物处理

生产过程中产生的固体废物，如过滤器截留的杂质、凝聚物、废包装材料等，应按照危险废物和一般固体废物进行分类收集和处理。危险废物应委托有资质的单位进行处置，一般固体废物应按照规定进行综合利用或妥善处置，防止固体废物对环境造成污染。

8 记录与档案管理

8.1 生产记录

8.1.1 应建立完善的生产记录制度，对生产过程中的各项操作和参数进行记录，包括：

- a) 原料的采购、储存、计量、投料情况；
- b) 聚合反应的温度、压力、搅拌转速、反应时间、转化率等参数；
- c) 脱气处理、后处理的操作条件和产品质量检验结果等。

8.1.2 生产记录应真实、准确、完整，具有可追溯性，保存期限应不少于产品保质期后 2 年。

8.2 设备档案

建立设备档案，对生产设备的采购、安装、调试、使用、维护、保养、维修、报废等全过程进行记录和管理。设备档案应包括设备的技术参数、操作规程、维护保养计划、维修记录、校准证书等资料，为设备的管理和维护提供依据，保存期限为设备使用寿命期内。

8.3 质量档案

建立质量档案，对产品的质量检验报告、不合格品处理记录、客户反馈意见等质量相关信息进行整理和保存。质量档案应能反映产品质量的稳定性和一致性，为质量改进和产品研发提供数据支持，保存期限不少于产品保质期后 3 年。
