

团 体 标 准

T/QGCML XXXX—XXXX

高纯度聚芳醚腈生产技术规范

Technical specifications for the production of high-purity polyarylene ether nitrile

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

全国城市工业品贸易中心联合会 发 布

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 原料要求 2

6 生产工艺 2

7 产品技术指标 3

8 试验方法 4

9 检验规则 4

10 标志、包装、运输、贮存 5

11 安全环保要求 5

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。

本文件由山东维尤纳特生物科技有限公司提出。

本文件由全国城市工业品贸易中心联合会归口。

本文件起草单位：山东维尤纳特生物科技有限公司、

本文件主要起草人：XXX。

高纯度聚芳醚腈生产技术规范

1 范围

本文件规定了高纯度聚芳醚腈生产技术要求、原料要求、生产工艺、产品技术指标、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存、安全环保要求。
本文件适用于高纯度聚芳醚腈的生产。

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 190 危险货物包装标志
GB/T 1033.1 塑料 非泡沫塑料密度的测定 第1部分：浸渍法、液体比重瓶法和滴定法
GB/T 1040.1 塑料 拉伸性能的测定 第1部分：总则
GB/T 1633 热塑性塑料维卡软化温度 (VST) 的测定
GB/T 2918 塑料 试样状态调节和试验的标准环境
GB 2894 安全标志及其使用导则
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
GB 8978 污水综合排放标准
GB/T 9341 塑料 弯曲性能的测定
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 15258 化学品安全标签编写规定
GB 16297 大气污染物综合排放标准
GB/T 17037.1 塑料 热塑性塑料材料注塑试样的制备 第1部分：一般原理及多用途试样和长条形试样的制备
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/T 19466.2 塑料 差示扫描量热法 (DSC) 第2部分：玻璃化转变温度的测定
GB 50016 建筑设计防火规范
HG 3025 对苯二甲酸乙二醇酯粒料含水量的测定
JB/T 6544 塑料拉伸和弯曲性模量试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 基本要求

4.1 厂房

- 4.1.1 厂房设计应根据加工要求进行合理布局，面积和空间与加工能力相适应，应符合生产和环保要求。
- 4.1.2 厂房和生产线的的设计应符合国家及行业相关规定。
- 4.1.3 加工区域与办公区域分开布置，并设置有分隔或分离措施。
- 4.1.4 采用节能措施，回收再利用热能、电能等能源。
- 4.1.5 厂区应设置符合消防、安全和运输要求的消防通道及安全出口，确保紧急情况下人员疏散和救

援畅通。

- 4.1.6 厂房和仓库应独立建造，不设置员工宿舍，确保生产与生活区域分离。
- 4.1.7 厂区安全标识应符合 GB 2894 的要求。厂区内建筑物间距、消防车道、防火、防烟分区设计应符合 GB 50016 的要求。

4.2 设备设施

- 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 应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，配备控制生产环境温度和湿度的设施。
- 4.2.6 安装照明设施，光线和亮度符合生产需要。
- 4.2.7 应配备满足加工能力、贮存要求相适应的仓储设施。仓库地面平整，贮存成品应与墙壁、地面保持适当距离，有利于物品防护、搬运和空气流通。确保原料、半成品、成品、包装材料等分类、分区域存放。
- 4.2.8 生产区域应配备安全防护设施、消防设施。
- 4.2.9 应配备与生产能力相适应的生产设备。建立设备保养和维修制度，加强日常维护、保养。进行相关维护保养和检修记录。
- 4.2.10 应定期校准、维护用于监测和控制的设备。

4.3 人员

- 4.3.1 生产操作人员应经过专业培训，熟悉合生产工艺和安全操作规程，考核合格后方可上岗。
- 4.3.2 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，胜任检测工作。
- 4.3.3 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。

5 原料要求

主要原料要求应符合表1的规定。

表 1 主要原料要求

项目	要求
6-二氯苯腈	外观：类白色固体粉末，含量：≥98.0%，水分：≤0.5%，丙酮不溶物：≤0.5%
二元酚	外观：白色固体粉末，含量：≥99.5%，苯酚含量：≤0.005%，水分：≤0.1%
碳酸钾	外观：白色颗粒或粉末，含量：≥99.0%
甲苯	外观：无色透明液体，甲苯含量：≥99.9%，水分：≤0.05%
N-甲基吡咯烷酮（NMP）	外观：无色透明液体，吡咯烷酮含量：≥99.5%，水分：≤0.10%

6 生产工艺

6.1 投料

6.1.1 投料前准备

检查各设备、管道、阀门、仪表是否正常，应无泄漏，处于良好运行状态。

6.1.2 物料投放

将计量好的2,6-二氯苯腈、二元酚、碳酸钾边搅拌边投入脱水釜，先投放碳酸钾填满釜底部出料口短接死角。

6.1.3 溶剂投放

将甲苯和NMP按规定量投入脱水釜，首次开车时应进行甲苯和NMP的计量投放。

6.2 合成

6.2.1 脱水反应

将脱水釜内温度控制在 $140^{\circ}\text{C}\sim 150^{\circ}\text{C}$ ，脱水时间为 $1.5\text{ h}\sim 2.5\text{ h}$ ，当分水罐中水位线不再增加时，将物料转移至缩聚釜。

6.2.2 缩聚反应

缩聚釜内温度控制在 $185^{\circ}\text{C}\sim 190^{\circ}\text{C}$ ，进行缩合聚合反应，反应过程中采出甲苯并冷却回收。

6.2.3 反应终止

待粘度计数值及电流值稳定后，加入适量NMP终止反应。

6.2.4 设备清理

用NMP喷淋清洗缩聚釜釜壁，清理后的釜液放至缓冲釜暂存。

6.3 切粒

6.3.1 向切粒机醇罐内注入甲醇，启动循环系统，调节粉碎机参数，确保系统正常运行。

6.3.2 将物料从缓冲釜投入切粒机进行切粒，形成固液混合物，切粒结束后用NMP清理切粒机内的粉碎物料。

6.4 分离洗涤工序

6.4.1 醇洗

醇洗2次应符合以下要求：

- a) 第一次醇洗：将切粒结束的固液混合物转移至过滤机，搅拌浸泡萃取 $3\text{ h}\sim 5\text{ h}$ 后，将滤液转移至醇切溶剂中间罐，用于脱醇塔釜精馏回用；
- b) 第二次醇洗：向过滤机中加入新鲜甲醇，搅拌浸泡 $0.5\text{ h}\sim 1\text{ h}$ 后，将滤液转移至醇洗溶剂中间罐，经处理后套用至切粒机醇罐。

6.4.2 干燥

将醇洗后的固体物料放入醇洗干燥系统，在真空条件下加热干燥，当接收罐中的液位不再增加时，干燥结束。

6.4.3 水洗

水洗2次应符合以下要求：

- a) 首次水洗：向过滤机中加入新鲜水，滴加盐酸控制PH值为 $7\sim 8$ ，加热至 80°C 后搅拌 10 min ，过滤后将第一次洗涤液放入一次洗涤液罐套用；
- b) 多次水洗：用新鲜水或套用水对物料进行多次洗涤，每次洗涤后过滤，滤液按规定套用。

6.4.4 酸洗

使用一次洗涤液罐中的套用水，滴加盐酸控制PH值为 $7\sim 8$ ，加热至 80°C 后搅拌 10 min ，趁热过滤，废盐水进行蒸盐处理。

6.5 干燥工序

将洗涤后的湿料放入产品干燥系统，控制干燥温度为 $120^{\circ}\text{C}\sim 130^{\circ}\text{C}$ ，烘干至水质量比 $\leq 0.5\%$ ，将干燥后的物料传送至混合机中暂存。

7 产品技术指标

7.1 外观为浅黄色颗粒，任意方向上尺寸为 $(5\sim 8)\text{ cm}$ ，无机械杂质。

7.2 产品技术指标应符合表2的要求。

表 2 技术指标

项目		一等品	合格品
密度，g/cm ³	≤	1.2	2.0
软化点（维卡），℃	≥	125	100
玻璃化温度，℃	≥	200	180
水分，%	≤	0.5	1.0
拉伸强度，MPa	≥	70	50
断裂伸长率，%	≥	10	5
弯曲强度，MPa	≥	102	80
弹性模量，MPa	≥	2 000	1 500

8 试验方法

8.1 外观

在要求环境温度、日光或其它没有色彩偏差的人造光线下，将试样置于白色背景上，对试样进行目视观察。

8.2 密度

密度的测定按GB/T 1033.1中的B法规定的方法进行。

8.3 软化点

软化点的测定按GB/T 1633中规定的方法进行。

8.4 玻璃化温度

玻璃化温度的测定按GB/T 19466.2中规定的方法进行。

8.5 水分

水分的测定按HG 3025中规定的方法进行。

8.6 拉伸强度、断裂伸长率、弯曲强度、弹性模量

8.6.1 试样的状态调节和试验的标准环境按 GB/T 2918 中的 2.1 规定，偏差范围为正常，状态调节时间为 4 h。

8.6.2 注塑试样的制备按 GB/T 17037.1 规定的方法。

8.6.3 试样的拉伸强度和断裂伸长率的测定按 GB/T 1040.1 规定的方法进行。

8.6.4 试样的弯曲强度的测定按 GB/T 9341 的规定进行。

8.6.5 试样弹性模量的测定按 JB/T 6544 的规定进行。

9 检验规则

9.1 组批和抽样

9.1.1 以同一配方、一次投料、相同工艺条件下的产品为一检验批。

9.1.2 抽样按照 GB/T 6679 中第 6 章的规定确定采样单元数和采样方法进行，每批产品取样量不得少于 5 kg，收集于清洁干燥的样品袋中，混匀，分别装于两个清洁干燥的样品袋，贴好标签，标签上注明产品名称、批号或生产日期等。一袋供检验用，另一袋作为留样保存备查。

9.2 检验分类

检验分为出厂检验和型式检验。

9.3 出厂检验

9.3.1 产品应经质量检验部门检验合格并签发质量合格证后方可出厂。

9.3.2 出厂检验项目为本文件第7章规定的，除密度、水分和玻璃化温度以外的所有项目。

9.4 型式检验

9.4.1 下列情况之一时应进行型式检验：

- a) 新产品鉴定时；
- b) 原料、工艺改变可能影响产品性能时；
- c) 国家质量监督部门提出型式检验要求时。

9.4.2 型式检验的样品应从出厂检验合格的产品中抽取。

9.4.3 型式检验项目为本文件第7章规定的所有项目。

9.5 判定规则

9.5.1 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合要求。

9.5.2 检验结果如果有一项指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果如有任一项指标不符合本文件要求，则判该批产品为不合格。

9.6 产品质量仲裁

用户对产品质量如有异议应在出厂之日起一月内提出。

10 标志、包装、运输、贮存

10.1 标志

10.1.1 聚芳醚腈包装桶（袋）上应有牢固清晰的标志，标志应符合 GB 190 的规定，产品标签应符合 GB 15258 的规定。内容应包括：

- a) 产品名称；
- b) 厂名、厂址；
- c) 净含量；
- d) 批号或生产日期；
- e) 执行标准编号。

10.1.2 每批出厂的产品都应附有质量证明书，内容应包括公司名称、产品名称、净含量、批号或生产日期、产品质量证明和执行标准编号。

10.2 包装

产品应使用编织袋或其它能满足产品包装要求的外包装材料内衬塑料包装，所用包装材料应符合相关要求。客户有特殊包装要求的，可根据客户要求包装。

10.3 运输和贮存

产品在运输过程中应注意防潮，应贮存在阴凉、干燥库房内，严禁在日光下曝晒。

11 安全环保要求

11.1 安全要求

11.1.1 使用本品应戴防护手套、口罩，穿干净防护服，使用后，应立即用肥皂和水洗净，如粉尘与皮肤接触，应用肥皂水冲洗；如误入眼睛，立即用大量流水冲洗 15 min；如吸入，应将患者移至新鲜空气处，立即送医。

11.1.2 该产品验收期为一个月，从交货之日起一个月内完成产品质量验收，其各项指标均应符合本文件要求。

11.2 环保要求

11.2.1 生产过程中废气排放应符合 GB 16297 和 GB 14554 的要求。废水排放应符合 GB 8978 的要求。

11.2.2 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。

11.2.3 固废

11.2.3.1 固体废弃物应分类收集、存储、处置利用。

11.2.3.2 一般固体废物的临时贮存应按 GB 18599 的要求进行管理。

11.2.3.3 危险固体废物贮存应按 GB 18597 的规定进行。
