

T/HEBQIA

团 体 标 准

T/HEBQIA XXXX—2025

悬浮聚合石墨料生产工艺规范

Suspension polymer graphite production process specifications

(征求意见稿)

2025-XX-XX 发布

2025-XX-XX 实施

河北省质量信息协会 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 生产工艺流程	1
5 检验与质量控制	3
6 记录	4
7 产品应用领域	4

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。

本文件由河北信泰新材料有限公司提出。

本文件由河北省质量信息协会归口。

本文件起草单位：河北信泰新材料有限公司、河北亿华保温工程有限公司、中冀信泰（唐山）新材料科技发展有限公司、XXXXX。

本文件主要起草人：王金普、韩永学、韩志学、王辅浩、赵丰、XXXXX。

悬浮聚合石墨料生产工艺规范

1 范围

本文件规定了悬浮聚合石墨料生产工艺的生产工艺流程、检验与质量控制、记录、产品应用领域。本文件适用于以苯乙烯为单体、石墨为功能助剂的悬浮聚合石墨料工业化生产。

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/T 3915 工业用苯乙烯

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 悬浮聚合石墨料 suspension polymer graphite

以单体为原料,石墨粉为功能填料,通过悬浮聚合工艺制备的具有特定性能的高分子聚合材料。

4 生产工艺流程

4.1 生产准备

4.1.1 去离子水

启动去离子水制备系统,通过反渗透、离子交换等工艺制备去离子水,检测水电导率 $\leq 10 \mu\text{S}/\text{cm}$,pH值控制在6.5~7.5,合格后储存于专用储水罐。

4.1.2 原料

4.1.2.1 苯乙烯单体:按GB/T 3915的规定,检验苯乙烯单体的纯度($\geq 99.8\%$)、阻聚剂含量($\leq 10 \text{ mg}/\text{kg}$)色度、含水量等指标,合格后转入原料计量罐,储存环境避光、密封,防止自聚。

4.1.2.2 石墨粉:选用粒径 $D_{50} \leq 10 \mu\text{m}$ 、固定碳含量 $\geq 99\%$ 的石墨粉,其纯度、导电性等指标应达标,使用前进行干燥处理,含水率 $\leq 0.5\%$,防止影响分散效果。

4.1.2.3 助剂准备:按配方比例准备乳化剂、悬浮剂、分散剂、催化剂、HCl防静电剂等助剂,助剂检验合格,分类存放,标识清晰。

4.1.3 悬浮溶液及助悬浮溶液制备

在专用配制罐中,按配方加入去离子水、乳化剂、悬浮剂,开启搅拌,搅拌速度控制在150 r/min~200 r/min,搅拌时间30 min~40 min,直至溶液均匀透明,制备好的溶液在2 h内投入使用。

4.2 下料

4.2.1 反应釜预处理

对反应釜进行清洗,去除釜内残留杂质,检查釜体密封性能和搅拌系统,应无泄漏、运转正常。

4.2.2 投料操作

4.2.2.1 向洗净的反应釜中注入一半体积的去离子水,启动搅拌器,搅拌速度设定为80 r/min~100 r/min。

4.2.2.2 按顺序缓慢加入乳化剂、悬浮剂、分散剂,待助剂完全溶解后,匀速投入预处理后的石墨粉。加料过程中保持搅拌,使石墨粉均匀分散,无团聚现象。

4.2.2.3 补加剩余去离子水,搅拌10 min后,检测釜内物料pH值,控制在7.2~8.6之间。若pH值不达标,可通过加入少量酸或碱进行微调。

4.2.2.4 pH值合格后,缓慢加入苯乙烯单体,单体加入速度控制在50 L/h~80 L/h,防止单体局部浓度过高;单体加完后,加入催化剂及HCl防静电剂等其他添加剂,加料完成后继续搅拌15 min~20 min,完成下料。

4.3 加热

4.3.1 下料完成后,保持搅拌速度100 r/min~120 r/min,继续搅拌3 h,使物料充分混合。

4.3.2 启动蒸汽加热系统,向反应釜夹套通入蒸汽,加热速率控制在1 °C/min~1.5 °C/min,避免升温过快导致物料暴聚。

4.3.3 当反应物温度达到82 °C时,关闭蒸汽加热阀门,停止蒸汽加热,利用反应余热继续升温;当温度升至86 °C时,开启少量冷却水,减缓温度上升速率,同时启动反应釜冷却系统备用。

4.3.4 最终将反应体系温度稳定控制在88 °C~90 °C,此过程密切监控温度变化,防止超温。

4.4 低温反应

4.4.1 当体系温度升温至88 °C时,记录反应开始时间,进入低温反应阶段,保持温度在88 °C~90 °C,搅拌速度调整为120 r/min~150 r/min。

4.4.2 低温反应过程中,根据物料聚合情况,分批加入适量助剂控制粒径大小,助剂加入量应符合生产工艺要求。

4.4.3 定期取样检测物料聚合度,当聚合度达到工艺设定值时,结束低温反应,低温反应时间通常控制在4 h~6 h。

4.5 灌气

4.5.1 低温反应结束后,向反应体系中补加适量分散剂和乳化剂,增强体系稳定性,然后密封反应釜的取样孔、人孔等开口部位。

4.5.2 启动戊烷输送系统,向反应釜内注入戊烷,戊烷加入量按配方比例控制,注入速度≤30 L/h,防止戊烷快速气化导致釜内压力骤升。

4.5.3 戊烷注入完成后,再次启动加热系统,以0.8 °C/min~1.0 °C/min的速率升温至120 °C,进行高温反应,此过程中戊烷逐渐浸渍入EPS树脂珠体中。

4.5.4 高温反应过程中,监控釜内压力,压力控制在 0.3 MPa~0.5 MPa 之间,同时跟踪聚合反应进度,当聚合反应趋近终止时,停止加热,启动冷却系统,以 2 °C/min~3 °C/min 的速率将体系温度降至 60 °C 以下,此时反应生成物为浆料,准备转入后续工序。

4.6 中和

4.6.1 将反应釜中的浆料通过输送泵转移至中和槽,浆料转移过程中保持管路通畅,防止堵塞。

4.6.2 向中和槽中缓慢加入适量 HCl,加入过程中开启搅拌,搅拌速度 80 r/min~100 r/min,实时检测浆料 pH 值,直至浆料中和至中性(pH 值 6.8~7.2)。

4.7 脱水

4.7.1 中和后的浆料暂存于中和槽,自此工序开始,生产转为连续作业方式。

4.7.2 启动输送泵,将浆料定量输送至离心机,利用离心力实现 EPS 树脂珠粒与水的分离。

4.7.3 脱水后湿物料的含水率控制在 3.0% 以内,若含水率超标,可适当提高离心机转速或延长脱水时间,脱水产生的废水排入污水处理系统。

4.8 输送

4.8.1 脱水后的湿物料送入气流输送系统,通过热风进行吹干,热风温度控制在 60 °C~80 °C,防止温度过高导致树脂珠体提前发泡。

4.8.2 经气流输送吹干后,物料含水率降至 1%~2%,输送过程中防止物料在管路中堆积,定期清理输送管路。

4.9 筛分

4.9.1 将吹干后的物料送入筛分设备,选用不同目数的筛网,按产品粒径要求进行分级筛分,分离出粒径过大或过小的不合格品。

4.9.2 筛分过程中,控制筛分设备的振动频率和进料速度,不合格品可返回重新加工或作为废料处理,合格物料送入成品暂存仓。

4.10 包装

4.10.1 成品暂存仓中的合格物料送入自动包装设备,按规定规格进行计量包装。

4.10.2 包装好的成品在外包装袋上标明产品名称、规格、批号、生产日期、生产厂家等信息,然后入库储存,储存仓库干燥、通风、防潮,远离火源和热源。

5 检验与质量控制

5.1 原料检验

苯乙烯单体检验项目包括纯度、阻聚剂含量、色度、水分;石墨粉检验项目包括粒径分布、固定碳含量、含水率、导电性;各类助剂检验有效成分含量、纯度等指标,所有原料检验合格后方可入库,不合格原料隔离存放,同时留存检验记录。

5.2 过程检验

5.2.1 下料阶段:每批次检测 pH 值,应在 7.2~8.6 范围内;检查石墨粉分散情况,应无明显团聚。

5.2.2 加热及反应阶段：每 30 min 记录一次温度，温度应控制在规定区间；低温反应阶段应定期检测聚合度，灌气阶段监控釜内压力。

5.2.3 中和阶段：检测中和后浆料 pH 值，应为中性。

5.2.4 脱水及输送阶段：检测物料含水率，应符合要求。

5.2.5 筛分阶段：抽检筛分后物料粒径，合格率应 $\geq 98\%$ 。

5.3 成品检验

成品入库前，按批次进行抽样检验，检验项目包括粒径分布、表观密度、导电性、发泡倍率等，检验合格后方可入库，不合格成品应隔离存放，分析原因并处理。

6 记录

6.1 记录内容包括原料领用记录（原料名称、批号、领用数量、领用日期）、工艺参数记录（各工序搅拌速度、温度、压力、反应时间等）、设备运行记录（设备启停时间、运行状态、故障及处理情况）、检验记录（原料、过程、成品检验数据、检验人员、检验日期）等。所有记录应真实、准确、完整，字迹清晰，电子记录定期备份，记录保存期限不少于 3 年。

6.2 采用批次管理，每批次产品对应唯一批号，通过生产记录可实现从原料到成品的全程追溯，当产品出现质量问题时，可快速定位问题环节。

7 产品应用领域

7.1 电子包装领域：可制备抗静电泡沫缓冲材料，该材料兼具良好的缓冲减震性和抗静电性能，能有效保护芯片、半导体器件、精密电子元件等在运输过程中免受冲击和静电损害。

7.2 建筑保温领域：作为石墨聚苯乙烯保温板核心原料，制得的保温板导热系数低、保温隔热效果优异，且具备一定的防火性能，可广泛应用于建筑外墙、屋面、地面等保温工程，提升建筑节能效率。

7.3 导电复合材料领域：与聚乙烯、聚丙烯等塑料共混，可制备导电管材、板材、型材等，这类复合材料具备稳定的导电性和良好的机械性能，适用于矿山、化工、油气等防静电、防爆场所的管路铺设、设备外壳及地面铺装。

7.4 冷链缓冲领域：可加工为生鲜、医药冷链专用缓冲衬垫，在低温环境下仍保持良好的韧性和抗静电性，既能缓冲运输过程中的碰撞冲击，又能防止静电对冷链医药、高端生鲜产品造成损害。

7.5 改性填充领域：作为功能填充剂加入 PP、PE、ABS 等树脂中，可有效改善基体材料的导热性、抗静电性和力学性能，制得的改性材料可用于生产电子设备外壳、汽车零部件、导热垫片等产品。