



中华人民共和国国家标准

GB/T 36383—2018

氯乙烯精馏过程中高沸物处理处置方法

Treatment and disposal method for the high boiling from
vinyl chloride rectification process

2018-06-07 发布

2019-01-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1 — 2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国废弃化学品处置标准化技术委员会(SAC/TC 294)归口。

本标准起草单位:内蒙古圣龙大地科技有限公司、新疆中泰(集团)有限责任公司、厦门市蓝水灵环保科技有限公司、石狮市蓝新环保科技有限公司、浙江水知音环保科技有限公司、中海油天津化工研究院有限公司。

本标准主要起草人:苗乃芬、唐湘军、蔡美娜、王志巍、阮忠强、李通、王利国、杨裴、范国强、郭永欣。

氯乙烯精馏过程中高沸物处理处置方法

1 范围

本标准规定了氯乙烯精馏过程中高沸物的术语和定义、组成、处理处置方法及安全要求。
本标准适用于电石法生产氯乙烯精馏过程中的高沸物的处理处置。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 14544 电石乙炔法生产氯乙烯安全技术规程

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

高沸物 **high boiling**

乙炔与氯化氢合成氯乙烯在精馏过程中从高沸塔分离出的有机混合物质。

4 组成

高沸物主要成分为氯乙烯、二氯乙烷及少量的二氯乙烯、三氯乙烯、三氯乙烷等。

5 处理处置方法

5.1 原理

利用高沸物中各组分在不同温度下的挥发性差异,通过液相和气相的回流,使气、液两相逆向多级接触,在热能驱动和相平衡关系的约束下,使得易挥发组分氯乙烯(轻组分)不断从液相往气相中转移,而二氯乙烷等难挥发组分却由气相向液相中迁移,使高沸物得到不断分离。

5.2 工艺描述

高沸物的处理处置工艺包括氯乙烯的分离和二氯乙烷的分离。

氯乙烯分离工艺为高沸物储罐中的高沸物进入氯乙烯分离塔(一级塔),控制一定液位,通过调节阀控制氯乙烯塔再沸器热水进量,使釜温和塔顶温度维持在一定范围内;加热后的高沸物气相上升,液相下降,通过调节塔顶冷凝器的水量控制氯乙烯分离塔出气温度,使轻组分氯乙烯从塔顶采出,高纯度的氯乙烯气体收集回用,沸点高于氯乙烯的重组分二氯乙烷等组分留在塔釜,取样分析塔釜中氯乙烯含量较低后,稳定采出釜液至塔釜液储罐中。

二氯乙烷的分离为氯乙烯分离塔釜液储罐达到一定液位后通过流量控制进入二氯乙烷分离塔

(二级塔),控制一定液位,调节再沸器热水进量,使釜温和塔顶温度维持在一定范围内;加热后的高沸物气相上升,液相下降,气相通过塔顶出气管进入塔顶冷凝器和尾冷器进行冷凝。未冷凝的气体为微量的氯乙烯,其与氯乙烯分离塔收集的氯乙烯汇合;冷凝的液体回流通过塔顶回流口进入塔内,调节回流量控制塔顶出气温度至一定范围内,当回流管线中二氯乙烷纯度合格后采出至二氯乙烷储罐中。

氯乙烯收集回用;二氯乙烷为以 1,1-二氯乙烷为主要成分的混合物,包括 1,1-二氯乙烷、氯乙烯、1,2-二氯乙烷、二氯乙烯;釜底混合物主要成分为二氯乙烷、三氯乙烯等有机混合物,过滤后,液体经检验符合相关标准后可作为混合溶剂使用,剩余交有资质单位处理。

5.3 工艺流程图

氯乙烯精馏过程中高沸物的处理处置工艺流程见图 1。

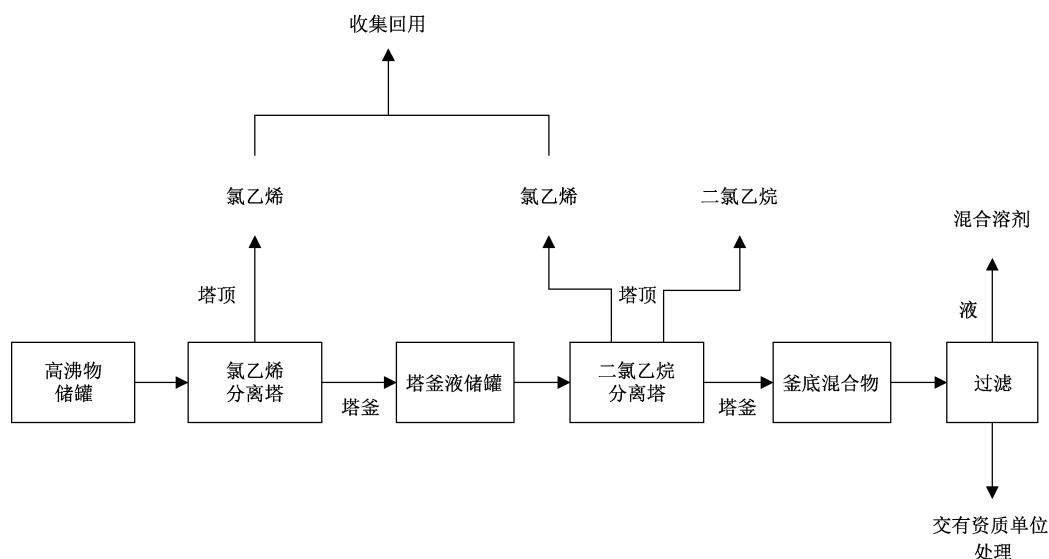


图 1 氯乙烯精馏过程中高沸物处理处置工艺流程图

5.4 工艺过程控制

5.4.1 工艺参数

氯乙烯精馏过程中高沸物处理处置的工艺参数如下：

- 氯乙烯分离塔釜温控制在 $65\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 85\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
- 氯乙烯分离塔升温速率控制在 $30\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{h}$ ；
- 氯乙烯分离塔塔内压力控制在 $(160 \pm 20)\text{ kPa}$ ；
- 氯乙烯分离塔塔顶出口温度控制在 $7\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
- 氯乙烯分离塔回流比控制在 $(3 \sim 6) : 1$ ；
- 二氯乙烷分离塔的升温速率控制在 $30\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{h}$ ；
- 二氯乙烷分离塔塔内压力控制在 $(15 \pm 5)\text{ kPa}$ ；
- 二氯乙烷分离塔冷凝器气体出口温度控制在 $(30 \pm 2)\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，塔顶出气温度控制在 $45\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
- 二氯乙烷分离塔釜温控制在 $60\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 85\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；

——二氯乙烷分离塔回流比控制在 6 : 1 左右。

注：使用一级塔能满足成品质量要求的可执行氯乙烯分离塔的控制工艺参数。

5.4.2 过程控制

5.4.2.1 高沸物储罐控制

5.4.2.1.1 为保证储罐使用的安全,控制高沸物储罐液位应小于 80%。

5.4.2.1.2 防止加料泵抽空高沸物储罐导致加料泵损坏,加料过程中高沸物储罐液位应大于 5%;同时加料过程中应打开储罐至氯乙烯分离塔的平衡管,防止储罐内部形成真空而抽瘪。

5.4.2.2 氯乙烯分离塔控制

5.4.2.2.1 储罐中的高沸物经加料泵进入氯乙烯分离塔,加料到塔釜液位的 60%~80%,液位应小于 80%,防止塔釜气相流通引起局部超压。

5.4.2.2.2 控制升温速率,较快的升温速度可能导致塔内压力失控。

5.4.2.2.3 通过控制热水进量调节塔釜温度在规定的范围内。

5.4.2.2.4 分析塔顶气体中氯乙烯含量不小于 95%,通过调节出气管线上的调节阀开度调控塔顶压力在规定的范围内,稳定回收氯乙烯气体。

5.4.2.2.5 氯乙烯分离塔釜液罐的液位应控制在 20%~80%。

5.4.2.3 二氯乙烷分离塔精馏控制

5.4.2.3.1 二氯乙烷分离塔内操作压力通过尾冷器排气调节阀调节在规定范围内。

5.4.2.3.2 控制二氯乙烷分离塔的升温速率,较快的升温速度可能导致塔内压力失控。

5.4.2.3.3 通过控制热水进量调节塔釜温度在规定的范围内。

5.4.2.3.4 塔顶气相经过塔顶冷凝器、尾气冷凝器进入回流罐中,回流罐液位应控制在 50%~70%。

5.4.2.3.5 塔顶出气温度通过回流液进行调节,分析回流管线中二氯乙烷中 1,1-二氯乙烷含量不小于 85%,稳定采出至二氯乙烷储罐中。

5.5 主要设备

主要设备有氯乙烯高沸物储罐、氯乙烯分离塔、二氯乙烷分离塔、塔顶冷凝器、尾气冷凝器、成品储罐等。

5.6 成品要求

氯乙烯含量应不小于 95%,其测定计算方法参见附录 A;二氯乙烷中 1,1-二氯乙烷含量应不小于 85%,测定方法参见附录 A。

6 安全要求

6.1 氯乙烯精馏过程中产生的高沸物在处理处置过程中涉及的安全技术要求应符合 GB 14544 的规定。

6.2 二氯乙烷应储存于阴凉、通风库房,远离火种、热源,应与氧化剂分开存放。储存间内的照明、通风等电器设施应采用防爆型,并应配备相应品种和数量的消防器材。搬运时要轻装轻卸,防止包装及容器损坏。

6.3 高沸物及二氯乙烷储罐储存时应有防火、防爆技术措施。禁止使用易产生火花的机械设备和工具。灌装时应控制流速不超过 3 m/s,且有接地装置,防止静电积聚。

6.4 釜底混合物主要含有氯代烷烃、氯代烯烃等,有挥发性及强烈的臭味,遇明火、高温下易燃易爆,有毒,应避免与氧化剂、酸类、碱类接触。接触时应做好防护措施,禁止直接排入环境。

附 录 A
(资料性附录)

氯乙烯含量及 1,1-二氯乙烷含量的测定计算方法

A.1 氯乙烯含量的测定计算方法

A.1.1 氯乙烯中有机杂质含量的测定

按 HG/T 3945 规定的方法进行测定。

A.1.2 氯乙烯含量的计算方法

氯乙烯含量以氯乙烯的质量分数 w_1 计,按式(A.1)计算:

$$w_1 = 100\% - \sum_{i=1}^n w_i \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

$\sum_{i=1}^n w_i$ ——按照 HG/T 3945 测定的氯乙烯中有机杂质的质量分数之和。

A.2 二氯乙烷中 1,1-二氯乙烷含量的测定方法

A.2.1 方法提要

采用气相色谱仪通过测定 1,1-二氯乙烷的峰面积占有所有组分峰面积百分比进行定量。

A.2.2 试剂或材料

A.2.2.1 标准气:与测定试样中的杂质组分含量相当。

A.2.2.2 氢气:纯度不得低于 99.99%,使用前需经过净化处理。

A.2.2.3 氮气:纯度不得低于 99.99%,使用前需经过净化处理。

A.2.2.4 空气:无腐蚀性杂质,使用前需经过净化处理。

A.2.3 仪器设备

A.2.3.1 气相色谱仪:备有自动进样装置或手动进样装置,配备氢火焰离子化检测器。

A.2.3.2 微量注射器:1 μ L 或其他适宜体积。

A.2.4 色谱操作条件

采用气相色谱仪测定二氯乙烷中 1,1-二氯乙烷含量的色谱操作条件见表 A.1。

表 A.1 色谱操作条件

项目	操作条件
色谱柱	毛细管柱,50 m×0.32 mm×0.5 μ m 或能达到同等分离程度的毛细管柱
色谱柱温度	50 $^{\circ}$ C

表 A.1 (续)

项目	操作条件
检测器温度	200 ℃
汽化室温度	150 ℃ 以上
载气氮气流量	25 mL/min
燃气氢气流量	25 mL/min~30 mL/min
助燃气空气流量	300 mL/min~400 mL/min
尾吹气	20 mL/min

A.2.5 试验步骤

气相色谱仪启动后进行必要的调节,当色谱仪达到表 A.1 设定的操作条件并稳定后,用微量注射器进样,开始测定。用色谱数据处理机或色谱工作站记录各组分的峰面积。

A.2.6 试验数据处理

二氯乙烷中 1,1-二氯乙烷的含量以质量分数 w_2 计,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{A}{\sum_{i=1}^n A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

A ——1,1-二氯乙烷的峰面积;

$\sum_{i=1}^n A_i$ ——二氯乙烷中全部组分的峰面积之和。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果相对偏差不得超过 0.5%。

参 考 文 献

- [1] HG/T 3945 氯乙烯单体 有机杂质含量的测定
-