

NOVOLEN 工艺聚丙烯均

聚产品转产抗冲共聚控制过渡料的降低

张 晟 (国家能源集团宁夏煤业有限责任公司烯烃二分公司, 宁夏 银川 750411)

摘要: 公司现有 60 万 t 聚丙烯装置, 采用的是 Novolen 气相工艺, 每年转产产生大量过渡不合格料, 过渡料量过大影响公司效益。其中转产共聚约 6 次, 每次产生 600t 共聚过渡不合格料, 通过优化操作可减少共聚转产过渡料, 提升公司效益。

关键词: NOVOLEN 工艺; 聚丙烯; 过渡料; 控制

1 聚丙烯装置转产共聚过程要点

①牌号切换前 2h, 将反应器 R-33101 降低至 80% 的负荷; ②牌号切换前 2h, 将反应器 R-33101 硅烷/TEA 比例由当前值调整到 260; ③牌号切换前 2h, 将 R-33101 氢气/丙烯比率调整到新牌号两倍配方值, 1h 后调整到配方值; ④根据反应器活性, 缓慢提高 TEA 比例由当前值调整到 250 (R-33201 反应器进乙烯前完成); ⑤联系化验反应器 R-33101 粉料取样, 调整硅烷和氢气直到 R-33101 粉料等规度 $\geq 98\%$, MFR: 3.5-4.5g/10min; ⑥当 R-33101 产品的 MFR 达到 2500H 牌号的要求时, 向反应器 R-33201 中累计加入 3kg 异丙醇 (时间控制在 20min), 然后将 IPA/TEA 比例设定为配方值 0.5; ⑦当异丙醇加入反应器 R-33201 内, 反应器活性会逐渐降低, 反应压力会上升, 此时降低反应器 R-33201 的新鲜丙烯进料量 FIC32103, 同时调整去 D-36111 循环丙烯排放量 FIC32402 或打开 D-33201 去废气的调节阀 FV32407, 将反应压力控制到 1.5MPag; ⑧当反应器 R-33201 压力下调过程中, 保证反应器料位 LIC32202 平稳的前提下, 将反应器的料位控制到 40% 后投用自动控制; ⑨逐渐降低 R-33201 反应温度至 70℃, 保证 R-33201 降温速率控制在 5℃/h 左右。打开 UV32105, 手动控制 FIC32108 向反应器加入乙烯, 开始加入时流量控制在 100-200kg/h 左右, 根据反应器活性变化, 在 2-5h 内, 将乙烯进料增加到配方值; ⑩乙烯加入 1h 后, 联系质检反应器 R-33201 粉料取样分析, 调整乙烯直到 R-33201 粉料乙烯含量, XS, MFR 合格。产品分析频次: MFR1 次/1h, XS1 次/2h, 乙烯含量 1 次/2h; ⑪ D-33311 乙烯含量合格后, 联系质检分析 Z-33701 粒料乙烯含量, 乙烯含量合格后 (9%-13%) 切换至共聚添加剂。分析频次: MFR1 次/4h, 乙烯含量 1 次/2h。

2 该转产过程存在的不足

①转产开始时反应器 R-33101 粉料融指在 3.5-4.5g/10min, 反应器 R-33201 进乙烯共聚后产品融指会下降导致后期再次调整产品融指, 增加了转产过程时间; ②反应器 R-33201 进乙烯初始量及提量幅度偏小, 产品中乙烯含量增加缓慢, 增加了转产耗时。

3 采取的新方法转产共聚过程要点

①牌号切换前 2h, 将反应器 R-33101 降低至 80% 的负荷; ②牌号切换前 2h, 将反应器 R-33101 硅烷/TEA 比例由当前值调整到 260; ③牌号切换前 2h, 将 R-33101 氢气/丙烯比率调整到新牌号两倍配方值, 1h 后调整到配方值; ④根据反应器活性, 缓慢提高 TEA 比例由当前值调整到 250 (R-33201 反应器进乙烯前完成); ⑤确认界区乙烯双道手阀全开, 将乙烯引至 R-33201 主进料口处, 确认进反应器主进料口根部阀门关闭, 在根部阀前放火炬置换乙烯管线, 控制乙烯流量 500-1000kg/h, 置换完成后关闭放火炬手阀, 打开乙烯进料根部阀; ⑥确认 PE 供 PP 乙烯现场双道手阀全开, 将乙烯引至联系化验反应器 R-33101 粉料取样, 调整硅烷和氢气直到 R-33101 粉料等规度 $\geq 98\%$, MFR: 4.5~5.5g/10min; ⑦当 R-33101 产品的 MFR 达到 2500H 牌号的要求时, 改通 R-33101 至 R-33201 卸料线异丙醇进料流程, 确认异丙醇进料最后一道手阀关闭。将异丙醇泵 P-31801A/B 出口压力 PIC18114 设定到 2.6MPa, 打开 R-33201 异丙醇进料切断阀 UV32106, 缓慢将调节阀 FV32109 全开给管线充管。当压差 PDI32118 小于 0.05MPa 连锁 FV32109 关闭说明管线已充满。复位流量计 FIQ32109, 打开异丙醇进反应器最后一道手阀, 向反应器 R-33201 中累计加入 3kg 异丙醇 (时间控制在 20min), 然后将 IPA/TEA 比例设定为配方值 0.5; ⑧当异丙醇加入反应器 R-33201 内, 反应器活性会逐渐降低, 反应压力会上升, 此时降低反应器 R-33201 的新鲜丙烯进料量 FIC32103, 同时调整去 D-36111 循环丙烯排放量 FIC32402 或打开 D-33201 去废气的调节阀 FV32407, 将反应压力控制到 1.6~1.75MPa, 同时关注 R-33201 循环回路压差 PDI32303 小于高报 0.12MPa; ⑨当反应器 R-33201 压力下调过程中, 保证反应器料位 LIC32202 平稳的前提下, 将反应器的料位控制到 50% 后投用自动控制; ⑩逐渐降低 R-33201 反应温度至 70℃, 保证 R-33201 降温速率控制在 5℃/h 左右。打开 UV32105, 手动控制 FIC32108 向反应器加入乙烯, 将循环气压缩机一段入口温度 TIC32402 由 55℃ 设定到

50℃，二段入口温度 TIC32513 由 65℃ 设定到 60℃。开始加入时流量控制在 200~500kg/h 左右，当反应活性上涨时将 FIC32408 流量设定由 128t/h 改为 136t/h，根据反应器活性变化，在 1~2h 内，将乙烯进料增加到配方值；⑪ 乙烯加入 1h 后，联系质检反应器 R-33201 粉料取样分析，调整乙烯直到 R-33201 粉料乙烯含量，XS，MFR 合格。产品分析频次：MFR1 次 /1h，XS1 次 /2h，乙烯含量 1 次 /2h；⑫ D-33311 乙烯含量合格后，联系质检分析 Z-33701 粒料乙烯含量，乙烯含量合格后（9%~13%）切换至共聚添加剂。分析频次：MFR1 次 /4h，乙烯含量 1 次 /2h。

4 新方法转产共聚过程优点

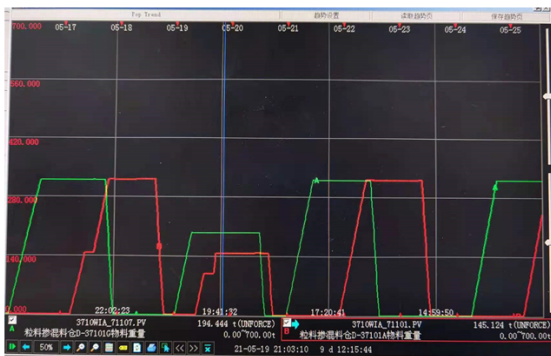


图 1

① 转产工作提前准备（如乙烯管线置换、异丙醇管线充压），确保转产过程顺畅进行，以减少转产耗时；② 提前提高 R-33101 融指，以避免进乙烯共聚后再次调整融指而浪费时间（见表 1，图 1）；③ 提高乙烯进料初始量、加快加大乙烯的投料比率，使系统乙烯组分快速累积，以减少产品中乙烯含量达到目标含量所需时间（见图 2）。

乙烯进料初始量由 100~200kg/h 提升至 200~500kg/h，进料过程由 2~5h 提快至 1~2h，加快了系统乙烯浓度增长速度，缩减了产品质量达标时间。

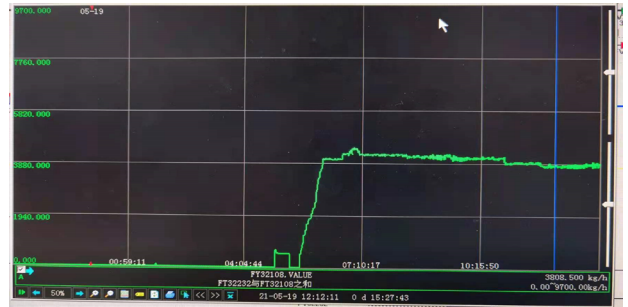


图 2

① 乙烯进料增加会导致反应活性增强，反应器温度升高，此时若控制不好可能会导致反应器超温。可降低乙烯进料，控制循环冷量在 45~50t/h，必要时可切断乙烯进料或增大异丙醇进料量，此操作可能会影响到产品的乙烯含量；② 反应器温度迅速升高，循环丙烯量自动增加，因温度升高，反应器压力可能有一定的上升。此时立即切断乙烯进料。检查温度控制器或循环丙烯阀工作是否良好，断开温度串级，手动增加循环丙烯控制反应器温度，必要可增加异丙醇来抑制反应活性，此举会改变产品的橡胶含量。若温度超过 90℃ 仍快速上升，外操立即打开 CO₂ 杀死剂的手阀，将 CO₂ 注入时间设定为 20s，当温度超过 100℃ 时，可多次注入 CO₂。控制好反应器的压力和温度，防止露点跳车，当反应器温度降至 70℃ 正常停车；③ 当异丙醇进料中断时，立即检查流程，若计量泵停，可启动备用泵恢复进料，若不能立即恢复进料，可立即切断乙烯进料；长时间不能恢复可转牌号。

时间	粉料 R-33101		粉料 D-33311			粒料 Z-37101		
	MFRg/10min	等规度 %	乙烯含量 %	MFRg/10min	等规度 %	乙烯含量 %	MFRg/10min	等规度 %
2020/3/18 1:00	3.53	96.87		3.24	98.61		3.02	98.56
2020/3/18 3:00	3.5			3.44				
2020/3/18 5:00	3.49	96.42		3.18	98.41		3.01	97.7
2020/3/18 7:00	3.26			3.4				
2020/3/18 9:00	3.69	96.12		3.55	98.65		3.47	98.16
2020/3/18 10:00	3.99			3.1				
2020/3/18 11:00	4.21		1.86	3.43	6.23	0.01	2.87	3.68
2020/3/18 12:00	4.36			3.33				
2020/3/18 13:00	4.6	96.1	3.68	3.1	8.36	2.16	2.63	5.44
2020/3/18 14:00	4.43			2.91				
2020/3/18 15:00	4.52		5.27	2.86	11.15	3.56	2.21	9.21
2020/3/18 16:00	4.6			2.36				
2020/3/18 17:00	4.73	96.23	6.88	2.24	13.51	4.68	1.79	12.22
2020/3/18 18:00	4.8			1.85				
2020/3/18 19:00	4.5		8.43	1.88	17.7	5.41	1.51	16.6
2020/3/18 20:00	4.71			1.74				
2020/3/18 21:00	5.05	96.85	8.23	1.6	18.23	7.39	1.36	17.25
2020/3/18 22:00	4.75			1.55				
2020/3/18 23:00	5.03		9.74	1.44	18.56	8.23	1.48	18.3
2020/3/19 0:00	5.14			1.38				
2020/3/19 1:00	5.63	96.92	9.6	1.49	19.07	10.93	1.83	19.95
2020/3/19 2:00	6.36			1.65				
2020/3/19 3:00	6.46			1.77			1.96	