

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C08G 63/00 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 01822546.2

[45] 授权公告日 2006 年 10 月 18 日

[11] 授权公告号 CN 1280331C

[22] 申请日 2001.12.6 [21] 申请号 01822546.2
[30] 优先权
[32] 2000.12.7 [33] US [31] 60/254,040
[86] 国际申请 PCT/US2001/046992 2001.12.6
[87] 国际公布 WO2002/046266 英 2002.6.13
[85] 进入国家阶段日期 2003.8.7
[71] 专利权人 伊斯曼化学公司
地址 美国田纳西州
[72] 发明人 B·R·德布鲁因
审查员 李开扬

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
代理人 卢新华 王其灏

权利要求书 4 页 说明书 95 页 附图 27 页

[54] 发明名称

使用管式反应器的聚酯工艺

[57] 摘要

本发明涉及聚酯方法，它在酯化，缩聚，或酯化和缩聚方法两者中采用管式反应器。本发明的管式反应器方法与现有技术的方法相比有多个优点，其中包括改进的传热，体积控制，搅拌和分离功能。本发明的管式反应器工艺和装置可用比普通聚酯工艺低得多的费用来建造和进行操作。

1. 从多种反应物制造酯的方法，包括：

(a) 提供具有第一进口和第一出口的酯化管式反应器；

(b) 在酯化反应条件将反应物在靠近第一进口处加入到酯化管式反应器中并形成两相流，这样反应物通过酯化管式反应器形成了液相和蒸气相，其中在选自泡流、活塞流、分层流、波式流、段塞流、分散流和沫状流的流动状态下操作该酯化管式反应器，和其中至少一部分的反应物形成酯单体，所述反应物包括二酸或二酸产生剂，所述二酸或二酸产生剂选自具有8-14个碳原子的芳族二羧酸，具有4-12个碳原子的脂族二羧酸，和具有8-12个碳原子的环脂族二羧酸和这些二酸的酯类；和其中所述反应物包括二醇或二醇产生剂，所述二醇或二醇产生剂选自具有6-20个碳原子的环脂族二醇和具有3-20个碳原子的脂肪族二醇。

2. 权利要求1的方法，其中至少一部分的酯单体在酯化管式反应器中反应而形成酯低聚物。

3. 权利要求2的方法，进一步包括：

(c) 让酯低聚物在缩聚管式反应器中在缩聚反应条件下进行反应，其中至少一部分的低聚物形成聚酯。

4. 权利要求1的方法，其中所述二酸或二酸产生剂包括对苯二甲酸或对苯二甲酸二甲酯，和所述二醇包括乙二醇。

5. 前述权利要求任一项的方法，其中从多种反应物制造了聚酯，包括：

(a) 提供具有第一进口和第一出口的酯化管式反应器；

(b) 在酯化反应条件下将反应物在靠近第一进口处加入到酯化管式反应器中并形成两相流，这样反应物通过酯化管式反应器形成了液相和蒸气相和其中至少一部分的反应物形成酯单体；

(c) 让单体在缩聚管式反应器中在缩聚反应条件下进行反应，其中至少一部分的酯单体形成低聚物；和

(d) 让低聚物在缩聚管式反应器中在缩聚反应条件下进行反应，其中至少一部分的低聚物形成聚酯。

6. 权利要求1的方法，进一步包括再循环所述液相流体的一部分到该酯化管式反应器中。

7. 权利要求6的方法, 进一步包括添加至少一种反应物到该再循环的液相流体中。

8. 权利要求1到4中任何一项的方法, 进一步包括从管式反应器的至少一个中除去一部分的蒸气。

5 9. 10. 权利要求1到4、6和7中任何一项的方法, 包括在泡状或沫状流动状态下操作该酯化管式反应器。

10. 权利要求3的方法, 包括在分层流动状态下操作该缩聚管式反应器。

11. 权利要求3的方法, 进一步包括通过使用与酯化管式反应器和缩聚管式反应器实现流体连通和位于两者之间的汽压升降器来控制
10 在酯化过程和缩聚过程之间的压力。

12. 权利要求11的方法, 其中在汽压升降器中的流体被加热至沸点温度。

13. 权利要求8的方法, 进一步包括从除去的蒸气中回收反应物,
15 以形成反应物贫乏的塔顶产物和富含反应物的塔底产物, 和将富含反应物的塔底产物再循环到该酯化管式反应器中, 其中反应物中的至少一种是二醇。

14. 用于带有管式反应器的方法的装置, 其中该管式反应器包括:

20 (a) 让反应物穿过的具有第一进口, 第一出口, 第一内表面和第一内部的酯化管式反应器; 和

(b) 让反应物穿过的具有第二进口, 第二出口, 第二内表面和第二内部的缩聚管式反应器。

15. 权利要求14的装置, 其中所述管式反应器进一步包括附着于
25 至少一个内表面上的流体限制设备。

16. 权利要求14的装置, 其中在管式反应器中第一出口是在第一进口的上方。

17. 权利要求14的装置, 进一步包括从至少一部分的内部中排气, 脱气或除去蒸气的设备。

30 18. 权利要求14的装置, 其中该管式反应器是大体上空的管。

19. 权利要求17的装置, 其中该排气或脱气设备包括至少一种的:

(a) 线性立管;

(b) 具有与蒸气路径实现在线联接的液体夹带分离器的线性立管; 和

(c) 在管式反应器的垂直上方设置的和由各自与相邻区段实现流体连通的三个邻接区段构成的非线性立管, 大体上垂直的第一区段与管式反应器实现流体连通, 第二区段联接于第一区段并从平面上看以相对于第一区段的一定角度来取向, 和第三区段联接于第二区段并以相对于第二区段的互补角度来取向, 第三区段大体上水平地取向, 使得非线性引起蒸气中的全部或大部分的液滴撞击在排气管的一些表面上; 或

(d) 选自喷射嘴, 虹吸管, 排气器, 文丘里喷嘴, 或喷嘴的压力降低装置。

20. 权利要求14的装置, 其中所述反应物在至少一个选自泡流、活塞流、分层流、波式流、段塞流、分散流和沫状流的流动状态中反应。

21. 权利要求14的装置, 进一步包括附着于至少一个内表面上的流体限制设备, 其中该流体限制设备包括部分地阻碍流体的流动的溢流堰。

22. 权利要求14-17任一项的装置, 其中该缩聚反应器具有多个区段、阶段或段, 其中区段由相对压差来界定和其中汽压升降器被设置在各区段、阶段或段之间并与它们实现流体连通以控制在各反应器段之间的压力。

23. 权利要求14的装置, 其中管式反应器被分成在其进口和出口之间延伸的多个大体上平行流动的导管, 和其中流过管式反应器的反应物在流过反应器时穿过多个流动导管中的至少一个。

24. 权利要求14的装置, 进一步包括用于再循环至少一部分的流体物料的设备, 其中该再循环设备包括流入液端和流出液端, 和其中该流出液端与酯化管式反应器实现流体连通。

25. 权利要求14的装置, 进一步包括与酯化管式反应器和缩聚管式反应器实现流体连通和位于两者之间的汽压升降器, 以控制在酯化过程和缩聚过程之间的压力。

26. 权利要求25的装置, 具有加热管式反应器中反应物的设备。

27. 权利要求26的装置, 其中所述加热设备是邻近于汽压升降器

的热交换器。

28. 权利要求14的装置，其中进一步包括水塔、抽提塔或混合二醇和单体塔的至少一种。

29. 权利要求14的装置，进一步包括至少一个连续搅拌釜式反应
5 器。

使用管式反应器的聚酯工艺

发明背景

5 发明领域

本发明一般地涉及聚酯工艺和设备，其中酯化工艺，缩聚工艺，或酯化和缩聚工艺是在管式反应器中进行的。

随着制造聚酯的行业变得更加有竞争性，其它供选择的低成本制造工艺是高度希望的。人们已经开发了许多工艺。早期的工作使用反应活性蒸馏(US 专利 No. 2, 905, 707)，将乙二醇(“EG”)作为反应物(US 10 专利 No. 2, 829, 153)。已经公开了将多个搅拌釜用于提供对反应的附加控制(US 专利 No. 4, 110, 316 和 W098/10007)。US 专利 No. 3, 054, 776 公开了在反应器之间低压降的使用，而 US 专利 No. 3, 385, 881 公开了在一个反应器外壳内的多个反应器段。这些设计经过改进解决了与夹带或堵塞，热整合，传热，反应时间，反应器数目等有关的诸多问题，15 如在 US 专利 3, 118, 843；3, 582, 244；3, 600, 137；3, 644, 096；3, 689, 461；3, 819, 585；4, 235, 844；4, 230, 818；和 4, 289, 895 中所公开的。然而，该反应器和装置是极其复杂的。搅拌式缩聚反应器具有复杂的设计，它需要详细计算和设计技巧。该反应器必须在真空下操作，并且不论加热还是冷却，保持它的形状以使得搅拌器不刮扫20 反应器壁，而且保持严密容差以提供高效传质。这些复杂设计不能快速地建造或安装。它们还需要专业技能来维持和操作。

普通的圆筒形酯化或酯交换反应器，如连续搅拌釜式反应器(“CSTR”)具有许多内部构件，如挡板，加热盘管，大的溢流堰，塔板，25 填充物，搅拌器，和引流管，等等。酯化或酯交换反应器还可以是具有它们的相关内部塔板，填充物，下流管，再沸，冷凝器，内部热交换器，回流体系，泵等的反应性蒸馏、抽提或精馏塔。普通的缩聚反应器 - 它典型地是假活塞流设备，该设备试图保持平均停留时间而有窄的时间分布 - 典型地是(1) CSTR，典型地属于刮膜或薄膜反应器类

30

型，或(2)反应性蒸馏设备。此类普通的缩合反应器通常能够增强表面更新，通常通过形成聚合物的薄膜来实现。此类普通的缩聚设备含有塔板，内加热盘管，堰，挡板，刮膜，内部搅拌器，和具有密封件或磁驱动的大搅拌器，等等。这些反应器通常具有刮刀或其它高度复杂的设备以便防止蒸汽管线被堵塞。许多缩聚反应器也具有非常紧密的容限要求并且在一定的温度范围内保持它们的形状。这些圆筒形反应器需要大量的工程技术，制图，和熟练的技术来建造。该圆筒形反应器也具有特别制造的夹套，该夹套具有多个部分管夹套和将管夹套彼此和与反应器连接的焊接线。该圆筒形反应器具有附加的外部组件如齿轮箱，搅拌器，密封系统，马达，等等。为了建造圆筒形反应器所需要的额外的复杂性，材料，和技术导致了较高成本。

管式反应器已经公开在先有技术专利中，它被组合到工艺或设备中。例如，US 专利 No. 3,192,184，公开了在反应器内的内有挡板的管，和 US 专利 No. 3,644,483 公开了管用于浆料添加的用途。作为其它实例，专利申请 W096/22318 和 US 专利 No. 5,811,496 公开了在酯化和聚合反应器之间的两个管式反应器，和 US 专利 No. 5,786,443 公开了在酯化反应器和加热器之间的被引导至分级反应器的管式反应器。这些反应器阵列中的每一组都将管式反应器引入到其它复合反应器和设备中。

尽管已经在理论上推断出最佳的酯交换或酯化将发生在连续压降和连续温升的连续区段中(参见图 1, Santosh K. Gupta 和 Anil Kumar, Reaction Engineering of Step Growth Polymerization, The Plenum Chemical Engineering Series, 第 8 章, Plenum Press, 1987)，对于现有常规设备来说这样做则是禁止的，因为它需要很多的小反应器，每一个都有它们自己的相关仪器和用于液面、压力和温度控制的阀门，和泵。因此，在普通的聚酯装置设计中，压降段的数量(圆筒形反应器)应该尽可能减少以最大程度地降低成本。折衷方法是，如果增加反应器的数量，则压降将最大程度地减少。

现有技术中仍然需求用于制造聚酯的成本更低、更简单的装置和工艺。

发明概述

本发明涉及用于聚酯制造的设备和方法。更具体地说，本发明涉

及管式反应器和配套设备和工艺，用于新的和现有(改型)的聚酯装置两者中。起始材料或反应物能够是液体，气体，或固体原料，使用聚酯或改性剂的任何组分。这一管式反应器发明与普通聚酯工艺和装置相比具有许多的优点。

- 5 理想地，本发明的管式反应器不需要连续搅拌釜式反应器的内加热盘管，而是能够使用各种加热设备如热交换器或加热套管。在 CSTR 的许多限制之中，加热盘管的量是有限的，这归因于保持流体的搅拌的需要。太多加热盘管使得在盘管之间没有足够的空间来进行搅拌。因为传热功能和搅拌功能在管式反应器系统中脱开联系，CSTR 的这一
- 10 限制不存在于本发明的管式反应器系统中。

管式反应器不局限于出于对动力学考虑的容器体积，而对于 CSTR 却是这样；管式反应器利用了管的长度来满足动力学要求，它们能够以简单方式加以改变。至于传质或搅拌，管式反应器不需要 CSTR 的螺旋浆或叶轮；而泵或重力流动可用于移动流体。

- 15 管式反应器的另一个优点是气体从液体界面上的分离，CSTR 工艺利用反应器体积来控制液体/气体界面。通过控制反应体积来控制该界面是控制流体速度的困难途径。如果该 CSTR 制得又高又细，则液面控制变得困难，搅拌轴挠曲和密封问题显得突出，蒸汽速度增加同时夹带提高，以及反应器成本随着增大的表面积而提高。另一方面，如果
- 20 该 CSTR 制得短而粗，则不能将足够的加热盘管置于反应器中，由于有更大的直径而使搅拌变得更加困难，而且对于大规模的装置，装运该容器成为大问题。因此，CSTR 的长度、宽度和高度存在最佳尺寸，因此难以改进 CSTR 来控制流体的速度。因此，在 CSTR 操作中，需要更多的蒸汽除去操作来控制该蒸汽速度。然而，附加的蒸汽除去操作会
- 25 导致夹带液体被蒸汽除去和产率损失的问题。相反地，在本发明的管式反应器系统中，为了控制该液体/气体界面，平行的附加管(管式反应器)能够被增加来控制离开该表面的总流体速度和气体速度。因此，对于本发明的管式反应器系统，该分离功能可以比普通 CSTR 系统的所述功能更简单和更容易地控制。类似的缺点存在于在现有技术中见到的
- 30 的用于制造聚酯的其它普通的反应器系统中，如反应性蒸馏、抽提器或

精馏塔，或带有内部构件的罐，螺杆或捏合机型反应器，与本发明的管式反应器设计的上述优点形成对比。

令人吃惊地，本发明的管式反应器能够用于聚酯工艺，它典型地具有长的停留时间。通常，管式反应器被用于具有仅仅非常短的停留时间的工艺中。然而，已经发现，本发明的管式反应器能够用于较长停留时间的聚酯制造工艺中。

因此，在一个实施方案中，本发明涉及从多种反应物制造聚酯聚合物的方法，包括：

10 a. 提供具有进口，出口和内表面的酯化管式反应器，该酯化管式反应器包括基本上空的管；

b. 将至少一种反应物在进口附近加入到管式反应器中，以使反应物流过管式反应器并且彼此反应而在管式反应器中形成聚酯单体和聚酯单体从它的出口离开，其中流过酯化管式反应器的反应物和聚酯单体各自是酯化流体；

15 c. 提供单独由酯化管式反应器形成的缩聚管式反应器，该缩聚管式反应器与酯化管式反应器实现流体连通，该缩聚管式反应器具有第一端，第二端和内表面，该缩聚管式反应器包括基本上空的管；和

20 d. 将流体聚酯单体引入到缩聚管式反应器的第一端中，以使单体流过缩聚反应器，在缩聚管式反应器内单体反应形成低聚物和然后低聚物反应而形成聚合物，和聚合物离开反应器的第二端，其中流过缩聚管式反应器的单体、低聚物和聚合物各自是缩聚流体。

在另一个实施方案中，本发明涉及从多种反应物制造聚酯聚合物的方法，包括：

25 a. 提供具有进口，出口和内表面的酯化管式反应器；

b. 将至少一种反应物在进口附近加入到管式反应器中，以使反应物流过管式反应器并且彼此反应而在管式反应器中形成聚酯单体和聚酯单体从它的出口离开，其中流过酯化管式反应器的反应物和聚酯单体各自是酯化流体；其中反应物包括对苯二甲酸或对苯二甲酸二甲酯；

30 c. 提供单独由酯化管式反应器形成的缩聚管式反应器，该缩聚管式反应器与酯化管式反应器实现流体连通，该缩聚管式反应器具有第一端，第二端和内表面；和

d. 将流体聚酯单体引入到缩聚管式反应器的第一端中, 以使单体流过缩聚反应器, 在缩聚管式反应器内单体反应形成低聚物, 然后低聚物反应而形成聚合物, 和聚合物离开反应器的第二端, 其中流过缩聚管式反应器的单体、低聚物和聚合物各自是缩聚流体。

5 在另一个实施方案中, 本发明涉及从多种反应物制造聚酯聚合物的方法, 包括:

a. 提供具有进口, 出口和内表面的酯化管式反应器;

b. 将至少一种反应物在进口附近加入到管式反应器中, 以使反应物流过管式反应器并且彼此反应而在管式反应器中形成聚酯单体和聚
10 酯单体从它的出口离开, 其中流过酯化管式反应器的反应物和聚酯单体各自是酯化流体;

c. 提供单独由酯化管式反应器形成的缩聚管式反应器, 该缩聚管式反应器与酯化管式反应器实现流体连通, 该缩聚管式反应器具有第一端, 第二端和内表面; 和

15 d. 将流体聚酯单体引入到缩聚管式反应器的第一端中, 以使单体流过缩聚反应器, 在缩聚管式反应器内单体反应形成低聚物, 然后低聚物反应而形成聚合物, 和聚合物离开反应器的第二端, 其中流过缩聚管式反应器的单体、低聚物和聚合物各自是缩聚流体。

20 在另一个实施方案中, 本发明涉及从多种反应物制造聚酯聚合物的方法, 包括:

a. 提供具有进口, 出口和内表面的联合酯化和预聚物缩聚管式反应器;

b. 将至少一种反应物在进口附近加入到管式反应器中, 以使反应物流过管式反应器并且彼此反应而在管式反应器中形成聚酯低聚物和
25 聚酯低聚物从它的出口离开, 其中流过酯化管式反应器的反应物和聚酯低聚物各自是酯化流体;

c. 提供单独由联合酯化和预聚物管式反应器形成的缩聚管式反应器, 该缩聚管式反应器与酯化/预聚物管式反应器实现流体连通, 该缩聚管式反应器具有第一端, 第二端和内表面; 和

30 d. 将流体聚酯低聚物引入到缩聚管式反应器的第一端中, 以使低聚物流过缩聚反应器, 在缩聚管式反应器内低聚物反应形成聚合物, 和聚合物离开反应器的第二端, 其中流过缩聚管式反应器的低聚物和

聚合物各自是缩聚流体。

在另一个实施方案中，本发明涉及从多种反应物制造聚酯聚合物的方法，包括：

- a. 提供具有进口，出口和内表面的酯化管式反应器；
- 5 b. 将至少一种反应物在进口附近加入到管式反应器中，以使反应物流过管式反应器并且彼此反应而在管式反应器中形成聚酯单体和聚酯单体从它的出口离开，其中流过酯化管式反应器的反应物和聚酯单体各自是酯化流体；
- c. 提供与酯化管式反应器整体组合的缩聚管式反应器，该缩聚管式反应器与酯化管式反应器实现流体连通，该缩聚管式反应器具有第一端，第二端和内表面；和
- 10 d. 将流体聚酯单体引入到缩聚管式反应器的第一端中，以使单体流过缩聚反应器，在缩聚管式反应器内单体反应形成低聚物，然后低聚物反应而形成聚合物，和聚合物离开反应器的第二端，其中流过缩聚管式反应器的单体、低聚物和聚合物各自是缩聚流体。
- 15

在另一个实施方案中，本发明涉及从多种反应物制造聚酯低聚物的方法，包括：

- a. 提供具有进口，出口和内表面的酯化管式反应器；
- b. 将至少一种反应物在进口附近加入到管式反应器中，以使反应物流过管式反应器并且彼此反应而在管式反应器中形成聚酯单体和聚酯单体从它的出口离开，其中流过酯化管式反应器的反应物和聚酯单体各自是酯化流体；
- 20 c. 提供单独由酯化管式反应器形成的预聚物缩聚管式反应器，该缩聚管式反应器与酯化管式反应器实现流体连通，该缩聚管式反应器具有第一端，第二端和内表面；和
- 25 d. 将流体聚酯单体引入到缩聚管式反应器的第一端中，以使单体流过缩聚反应器，在缩聚管式反应器内单体反应形成低聚物，和低聚物离开反应器的第二端，其中流过缩聚管式反应器的单体和低聚物各自是缩聚流体。

- 30 在另一个实施方案中，本发明涉及从多种反应物制造聚酯低聚物的方法，包括：

- a. 提供具有进口，出口和内表面的酯化管式反应器；

b. 将至少一种反应物在进口附近加入到管式反应器中, 以使反应物流过管式反应器并且彼此反应而在管式反应器中形成聚酯单体和聚酯单体从它的出口离开, 其中流过酯化管式反应器的反应物和聚酯单体各自是酯化流体;

- 5 c. 提供与酯化管式反应器整体组合的预聚物缩聚管式反应器, 该缩聚管式反应器与酯化管式反应器实现流体连通, 该缩聚管式反应器具有第一端, 第二端和内表面; 和

d. 将流体聚酯单体引入到缩聚管式反应器的第一端中, 以使单体流过缩聚反应器, 在缩聚管式反应器内单体反应形成低聚物, 和低聚物离开反应器的第二端, 其中流过缩聚管式反应器的单体和低聚物各自是缩聚流体。

10

在另一个实施方案中, 本发明涉及从多种反应物制造聚酯单体的方法, 包括:

- a. 提供具有进口, 出口, 内表面, 和至少一个附着于它的内表面的溢流堰的酯化管式反应器; 和
- 15

b. 将至少一种反应物在进口附近加入到管式反应器中, 以使反应物流过管式反应器, 反应物在管式反应器内彼此反应而形成聚酯单体和聚酯单体从它的出口离开, 其中流过酯化管式反应器的反应物和聚酯单体各自是酯化流体; 和其中酯化流体在溢流堰上方流过。

- 20 在另一个实施方案中, 本发明涉及从多种反应物制造聚酯单体的方法, 包括:

a. 提供具有进口, 出口和内表面的酯化管式反应器;

- b. 将至少一种反应物在进口附近加入到管式反应器中, 以使反应物流过管式反应器, 反应物在管式反应器内彼此反应而形成聚酯单体和聚酯单体从它的出口离开, 其中流过酯化管式反应器的反应物和聚酯单体各自是酯化流体; 和
- 25

c. 将工艺流体的一部分再循环和引导该再循环流出液, 在靠近酯化反应器的进口或在酯化反应器的进口和出口之间回到和穿过酯化反应器。

- 30 在另一个实施方案中, 本发明涉及从多种反应物制造聚酯单体的方法, 包括:

a. 提供具有进口, 出口和内表面的酯化管式反应器;

b. 将至少一种反应物在进口附近加入到管式反应器中, 以使反应物流过管式反应器, 反应物在管式反应器内彼此反应而形成聚酯单体和聚酯单体从它的出口离开, 其中流过酯化管式反应器的反应物和聚酯单体各自是酯化流体; 和

- 5 c. 从管式反应器的进口和出口之中间和/或靠近管式反应器的出口, 利用空管的排气来从管式反应器中除去蒸汽。

在另一个实施方案中, 本发明涉及从多种反应物制造聚酯单体的方法, 包括:

- 10 a. 提供具有进口, 出口和内表面的酯化管式反应器, 该进口被定位在出口下方垂直至少 20 英尺;

b. 将至少一种反应物在进口附近加入到管式反应器中, 以使反应物流过管式反应器, 反应物在管式反应器内彼此反应而形成聚酯单体和聚酯单体从它的出口离开, 其中流过酯化管式反应器的反应物和聚酯单体各自是酯化流体。

- 15 在另一个实施方案中, 本发明涉及从多种反应物制造聚酯单体的方法, 包括:

a. 提供具有进口, 出口和内表面的酯化管式反应器;

- 20 b. 将至少一种反应物在进口附近加入到管式反应器中, 以使反应物流过管式反应器, 反应物在管式反应器内彼此反应而形成聚酯单体和聚酯单体从它的出口离开, 其中流过酯化管式反应器的反应物和聚酯单体各自是酯化流体; 和其中存在于管式反应器中的流体处于泡沫状或沫状流动状态(flow regime)。

在另一个实施方案中, 本发明涉及从多种反应物制造聚酯单体的方法, 包括:

- 25 a. 提供具有进口, 出口和内表面的酯化管式反应器, 其中该管式反应器具有在其进口和出口之间沿着其纵向延伸的交替线性和非线性区段;

- 30 b. 将至少一种反应物在进口附近加入到管式反应器中, 以使反应物流过管式反应器, 反应物在管式反应器内彼此反应而形成聚酯单体和聚酯单体从它的出口离开, 其中流过酯化管式反应器的反应物和聚酯单体各自是酯化流体。

在另一个实施方案中, 本发明涉及从多种反应物制造聚酯单体的

方法，包括：

- a. 提供具有进口，出口和内表面的酯化管式反应器；和
- b. 将至少一种反应物在进口附近加入到管式反应器中，以使反应物流过管式反应器，反应物在管式反应器内彼此反应而形成聚酯单体和聚酯单体从它的出口离开，其中流过酯化管式反应器的至少一种反应物和聚酯单体各自是酯化流体。

在另一个实施方案中，本发明涉及制造聚酯聚合物的方法，包括：

- a. 提供具有第一端，第二端和内表面的缩聚管式反应器，第一端在第二端的垂直上方设置，该缩聚管式反应器具有在其第一端和其第二端之间沿着其纵向延伸的交替线性和非线性区段；和

- b. 将流体聚酯单体引入到缩聚管式反应器的第一端中，以使单体流过缩聚反应器，在缩聚管式反应器内单体反应形成低聚物和然后低聚物反应而形成聚合物，和聚合物离开反应器的第二端，其中流过缩聚管式反应器的单体、低聚物和聚合物各自是缩聚流体。

- 15 在另一个实施方案中，本发明涉及制造聚酯聚合物的方法，包括：

- a. 提供具有第一端，第二端，内表面和附着于该内表面上的至少一个溢流堰的缩聚管式反应器，其中该管式反应器由基本上空的管组成；和

- b. 将流体聚酯单体引入到缩聚管式反应器的第一端中，以使单体流过缩聚反应器，在缩聚管式反应器内单体反应形成低聚物和然后低聚物反应而形成聚合物，和聚合物离开反应器的第二端，其中流过缩聚管式反应器的单体、低聚物和聚合物各自是缩聚流体，和其中至少一种的缩聚流体在溢流堰上流过。

在另一个实施方案中，本发明涉及制造聚酯聚合物的方法，包括：

- a. 提供具有第一端，第二端和内表面的缩聚管式反应器；和
- b. 将流体聚酯单体引入到缩聚管式反应器的第一端中，以使单体流过缩聚反应器，在缩聚管式反应器内单体反应形成低聚物和然后低聚物反应而形成聚合物，和聚合物离开反应器的第二端，其中流过缩聚管式反应器的单体、低聚物和聚合物各自是缩聚流体；和
- c. 从管式反应器的进口和出口之中间和/或靠近管式反应器的出口或进口，利用包括基本上空的管的排气管路来从管式反应器中除去蒸汽。

在另一个实施方案中，本发明涉及制造聚酯聚合物的方法，包括：

- a. 提供具有第一端，第二端和内表面的缩聚管式反应器；和
- b. 将流体聚酯单体引入到缩聚管式反应器的第一端中，以使单体
5 流过缩聚反应器，在缩聚管式反应器内单体反应形成低聚物和然后低
聚物反应而形成聚合物，和聚合物离开反应器的第二端，其中流过缩
聚管式反应器的单体、低聚物和聚合物各自是缩聚流体，和其中存在
于管式反应器中的流体处于分层流动状态。

在另一个实施方案中，本发明涉及制造聚酯聚合物的方法，包括：

- a. 提供具有第一端，第二端和内表面的缩聚管式反应器；和
- 10 b. 将流体聚酯单体引入到缩聚管式反应器的第一端中，以使单体
流过缩聚反应器，在缩聚管式反应器内单体反应形成低聚物和然后低
聚物反应而形成聚合物，和聚合物离开反应器的第二端，其中流过缩
聚管式反应器的单体、低聚物和聚合物各自是缩聚流体。

在另一个实施方案中，本发明涉及制造聚酯聚合物的方法，包括：

- 15 a. 提供具有第一端，第二端和内表面的缩聚管式反应器；和
- b. 将流体聚酯低聚物导入缩聚管式反应器的第一端中，以使低聚
物流过该缩聚管式反应器，低聚物在缩聚管式反应器内反应而形成聚
酯聚合物和该聚酯聚合物从该反应器的第二端离开。

在另一个实施方案中，本发明涉及制造聚酯聚合物的装置，包括：

- 20 a. 具有进口，出口和内表面的酯化管式反应器，酯化流体反应物
流经它；和
- b. 与酯化反应器独立地形成的并与它实现流体连通的一种缩聚管
式反应器，其中该缩聚反应器具有进口，出口和内表面，有至少一种
缩聚流体反应物流经它，

25 其中该酯化和缩聚反应器包括基本上空的管。

在另一个实施方案中，本发明涉及制造聚酯聚合物的装置，包括：

- a. 具有进口，出口和内表面的酯化管式反应器，酯化流体反应物
流经它；和
- b. 与酯化反应器独立地形成的并与它实现流体连通的一种缩聚管
30 式反应器，其中该缩聚反应器具有进口，出口和内表面，有至少一种
缩聚流体反应物流经它。

在另一个实施方案中，本发明涉及制造聚酯单体的酯化管式反应

器装置,包括:

a. 具有进口,出口和内表面的酯化管式反应器;和

b. 具有流入液端和流出液端的再循环环路,流出液端与该酯化管式反应器实现流体连通。

5 在另一个实施方案中,本发明涉及制造聚酯单体、低聚物或聚合物的装置,包括:

a. 具有进口,出口和内表面的管式反应器,其中有流体反应物流经它;和

10 b. 连接到管式反应器的内表面的一部分上并与其出口相邻的溢流堰,其中该反应器包括基本上空的管。

在另一个实施方案中,本发明涉及制造聚酯单体、低聚物或聚合物的装置,包括:

a. 具有进口,出口和内表面的管式反应器,其中有流体反应物流经它;和

15 b. 与反应器实现流体连通的排气管,该排气管进一步包括联接于排气管的直立式脱气立管,脱气立管具有与排气管实现流体连通的接收端和垂直地高于接收端设置的相反侧排气端,和其中脱气立管在接收端和它的排气端之间沿着其纵向非线性地延伸,和其中脱气立管由彼此实现流体连通的三个邻接段组成,第一段与接收端相邻并基本上
20 垂直地从排气管延伸,第二段联接于第一段并从平面上看以相对于第一段的一定角度来定向,和第三段联接于第二段并从平面上看以相对于第二段的互补角度来定向,使得第三段基本上水平定向。

在另一个实施方案中,本发明涉及制造聚酯单体、低聚物或聚合物的装置,包括:

25 a. 具有进口,出口和内表面的管式反应器,其中有流体反应物流经它。

在另一个实施方案中,本发明涉及一种装置,它用于排放工艺气体或蒸汽并从气体或蒸汽中有效地脱除液体,该液体、气体和蒸汽是流体,从气体或蒸汽中分离该液体,和让液体返回到该工艺中,包括:

30 a. 含有(i)液体和(ii)气体或蒸汽的容器或工艺管道;和

b. 与容器或工艺管道实现流体连通的排气管,该排气管进一步包括联接于排气管的直立式脱气立管,脱气立管具有与排气管实现流体

- 连通的接收端和垂直地高于接收端设置的相反侧排气端，和其中脱气立管在它的接收端和排气端之间沿着其纵向非线性地延伸，和其中脱气立管由彼此实现流体连通的三个邻接段组成，第一段与接收端相邻并基本上垂直地从排气管延伸，第二段联接于第一段并从平面上看以相对于第一段的一定角度来定向，和第三段联接于第二段并从平面上看以相对于第二段的一定角度来定向，使得第三段基本上水平定向。

在另一个实施方案中，本发明涉及适合于流体的混合、贮存和分配到单独的装置工艺分配系统中的流体混合和分配系统，包括：

- a. 第一个细长的和垂直地设置的流体贮存容器；
- 10 b. 与第一容器和第二容器实现流体连通的循环泵，循环泵经过建造和排列后让流体流过该系统并将流体从第一容器中循环到第二容器中和从第一容器循环到第一容器中；
- c. 与第一容器和第二容器实现流体连通的第二个流体贮存和分配容器，其以比第一容器更大的垂直高度而设置；和
- 15 d. 分别与循环泵、第一容器和第二容器实现流体连通的控制阀，该控制阀经过建造和排列后有选择地引导流体从第一容器流入到第二容器中和从第一容器流入到第一容器中，

其中第二容器与装置工艺分配系统实现流体连通，和其中由保持在第二容器内的流体所形成的静压头被用来让流体从第二容器中通入到该装置工艺分配系统中。

在另一个实施方案中，本发明涉及适合于流体的混合、贮存和分配到单独的装置工艺分配系统中的流体混合和分配系统，包括：

- a. 第一个流体贮存容器；
- b. 第二个流体混合和贮存容器；
- 25 c. 与第一容器和第二容器实现流体连通的循环泵，循环泵经过建造和排列后让流体循环穿过该系统并从第一容器中循环到第二容器中；
- d. 第二容器是在比第一容器和装置工艺分配系统两者更大的垂直高度设置的；和
- 30 e. 分别与循环泵、第一容器和第二容器实现流体连通的控制阀，控制阀经过建造和排列后有选择地引导流体从第一容器中流回第一容器中和从第一容器流到第二容器中；

f. 第二容器与装置工艺分配系统实现流体连通, 其中由保留在第二容器中的流体形成的静压头被利用来让流体从第二容器中通入到该装置工艺分配系统中。

5 在另一个实施方案中, 本发明涉及在适合于流体的混合、贮存和分配到单独的装置工艺分配系统中的流体混合和分配系统中混合和分配流体的方法, 包括:

a. 将至少一种流体通入到第一个细长的和垂直设置的流体贮存容器;

10 b. 将流体从第一容器通入到第二个细长的和垂直设置的流体混合和贮存容器中, 第二流体容器被设置在比第一容器和装置工艺分配系统两者更大的垂直高度, 其中循环泵与第一容器和第二容器实现流体连通, 该循环泵经过建造和排列后让流体穿过该系统;

15 c. 使用与循环泵、第一容器和第二容器实现流体连通的控制阀来有选择地引导该流体从第一容器中进入到第一容器和第二容器当中的任一个中; 和

d. 有选择地将流体从第二容器通入到装置工艺分配系统中, 第二容器产生静压头, 用于将其中所贮存的流体通入到该装置工艺分配系统中。

20 在另一个实施方案中, 本发明涉及与管式反应器系统一同使用的传热介质控制系统, 该管式反应器系统具有供应传热介质环路(传热介质的第一股料流穿过它)和返回传热介质环路(传热介质的第二股料流穿过它), 第一传热介质料流的温度高于第二传热介质料流的温度, 该传热介质控制系统包括:

25 a. 第一传热介质汇管, 第一传热介质料流穿过它;

b. 第二传热介质汇管, 第二传热介质料流穿过它;

c. 第一传热介质子环路, 该传热介质经过它可以分别从第一汇管中通入到第二汇管中;

d. 与汇管和第一子环路当中的所选择的一种实现流体连通的控制阀;

30 e. 在第一汇管内第一传热介质料流的压力大于在第二汇管内第二传热介质料流的压力;

其中该控制阀用于有选择地引导至少一部分的第一传热介质料流

进入到第一子环路中，利用第一传热介质料流的压力让传热介质通过第一子环路，以及控制穿过第一子环路的传热介质料流的温度和压力。

5 在另一个实施方案中，本发明涉及与管式反应器系统一同使用的传热介质控制系统，该管式反应器系统具有供应传热介质环路(传热介质的第一股料流穿过它)和返回传热介质环路(传热介质的第二股料流穿过它)，第一传热介质料流的温度高于第二传热介质料流的温度，该传热介质控制系统包括：

- 10 a. 第一传热介质汇管，第一传热介质料流穿过它；
- b. 第二传热介质汇管，第二传热介质料流穿过它；
- c. 第一传热介质子环路，该传热介质经过它可以从第一汇管中通入到第二汇管中；
- d. 与第一汇管和第一子环路实现流体连通的第一控制阀；和
- e. 与第一子环路和第二汇管实现流体连通的第二控制阀；
- 15 f. 在第一汇管内第一传热介质料流的压力大于在第二汇管内第二传热介质料流的压力；

20 其中该控制阀中的一个或两个用于有选择地引导至少一部分的第一传热介质料流进入到第一子环路中，利用第一传热介质料流的压力让传热介质通过第一子环路，以及控制穿过第一子环路的传热介质料流的温度和压力。

在另一个实施方案中，本发明涉及与管式反应器系统一同使用的让传热介质穿过传热介质系统的方法，该管式反应器系统具有供应传热介质环路(传热介质的第一股料流穿过它)和返回传热介质环路(传热介质的第二股料流穿过它)，第一传热介质料流的温度和压力高于第二传热介质料流的温度和压力，该传热介质控制系统包括：

- 25 a. 让第一传热介质料流穿过第一传热介质汇管；
- b. 让第二传热介质料流穿过第二传热介质汇管；
- c. 在没有传热介质循环泵的存在下，传热介质从第一汇管穿过第一传热介质子环路，其中第一控制阀与第一汇管和第一子环路实现流体连通；和
- 30 d. 在没有传热介质循环泵的存在下，传热介质从第一子环路通入到第二汇管中，其中第二控制阀与第一子环路和第二汇管实现流体连

通。

在另一个实施方案中，本发明涉及用于工艺工作流体输送供应料到流体工艺装置中的流体输送系统，该工艺装置具有用于转运、分配和处理该流体的管路系统，所述系统包括：

- 5 a. 位于泵站的至少一个配送容器；和
- b. 与该至少一个配送容器实现流体连通的至少一个泵；
- c. 该至少一个配送容器与阀门组实现流体连通，该阀门组与工艺装置管路系统实现流体连通；

10 其中该流体有选择地直接从所述至少一个配送容器中泵送通过阀门组并在另外接收和贮存来自所述至少一个配送容器的流体的流体配送进料和贮存罐不存在的情况下输入到工艺装置管路系统中。

在另一个实施方案中，本发明涉及用于输送工艺工作流体供应料到流体工艺装置中的流体输送系统，该工艺装置具有用于转运、分配和处理该流体的管路系统，所述系统包括：

- 15 a. 位于泵站的第一配送容器；
- b. 与第一配送容器实现流体连通的第一泵；
- c. 位于泵站的第二配送容器；和
- d. 与第二配送容器实现流体连通的第二泵；
- e. 分别与阀门组实现流体连通的配送容器和泵的每一个，阀门组
- 20 由多个可选择性地操作的控制阀组成并与工艺装置管路系统实现流体连通；

其中流体有选择地直接分别从第一和第二配送容器中泵送穿过阀门组和在流体输送进料和贮存罐不存在下进入到工艺装置管路系统中。

25 在另一个实施方案中，本发明涉及用于输送工艺工作流体的供应料到流体工艺装置中的流体输送方法，该工艺装置具有用于转运、分配和处理该流体的管路系统，所述系统包括：

- a. 在泵站设置第一配送容器，第一配送容器与第一个泵实现流体连通；
- 30 b. 在泵站设置第二配送容器，第二配送容器与第二个泵实现流体连通；
- c. 有选择地将流体从各自配送容器中的每一个中直接泵送到阀门

系中，该阀门组由与工艺装置管路系统实现流体连通的多个可选择地操作的控制阀组成，并在另外接收和贮存来自至少一个配送容器的流体的流体输出进料和贮存罐不存在的情况下穿过该阀门组而进入到工艺装置管路系统中。

5 在另一个实施方案中，本发明涉及集成装置水分配系统，该水分配系统单独地从供水源供应纯净、新鲜水以用于工艺装置中，该系统包括：

- a. 与水源实现流体连通并从水源供应水的安全喷淋水储罐；
- b. 与安全喷淋水储罐实现流体连通并从它供应水的第一水分配环
- 10 路；
- c. 与第一水分配环路实现流体连通的第二水分配环路；和
- d. 用于有选择地从第一水分配环路中抽出水以供应水到第二水分配环路中的设备。

在另一个实施方案中，本发明涉及分配水穿过集成装置水分配系

15 统的方法，该水分配系统单独地从水源供应纯净、新鲜水以用于工艺装置中，该方法包括：

- a. 将水供应到安全喷淋水储罐中；
- b. 将水从安全喷淋水储罐通入到与水储罐实现流体连通的第一水分配环路中；
- 20 c. 有选择地将来自第一水分配环路的水通入到与第一水分配环路实现流体连通的第二水分配环路中。

在另一个实施方案中，本发明涉及与分别具有单独的高压、中压和低压压缩聚真空区段的最终缩聚反应器一同使用的集成的真空系统，该系统包括：

- 25 a. 喷雾冷凝器，该喷雾冷凝器分别与缩聚反应器的中压和低压真空区段中的每一个实现流体连通；
- b. 与喷雾冷凝器实现流体连通的中间阶段冷凝器；和
- c. 与中间阶段冷凝器实现流体连通的真空泵。

在另一个实施方案中，本发明涉及与具有至少中压缩聚真空区段

30 和单独的低压压缩聚真空区段的最终缩聚反应器一同使用的集成的真空系统，该系统包括：

- a. 喷雾冷凝器，该喷雾冷凝器分别与缩聚反应器的中压和低压真

空区段中的每一个实现流体连通；

- b. 与喷雾冷凝器实现流体连通的第一个 EG 喷嘴；
- c. 与第一 EG 喷嘴实现流体连通的中间阶段冷凝器；
- d. 与中间阶段冷凝器实现流体连通的真空泵；和
- 5 e. 分别与低压真空区段和喷雾冷凝器实现流体连通的第二个 EG 喷嘴。

在另一个实施方案中，本发明涉及收集来自具有高压真空区段、中压真空区段和低压缩聚真空区段的最终缩聚反应器的流体的方法，该方法包括：

- 10 a. 将来自反应器的至少中压缩聚真空区段和低压缩聚真空区段的流体通入到分别与中压和低压真空区段中的每一个实现密封式流体连通的单个喷雾冷凝器中；和
- b. 用与中间阶段冷凝器实现流体连通的真空泵抽出流体而穿过与喷雾冷凝器实现流体连通的中间阶段冷凝器。

15 在另一个实施方案中，本发明涉及制造聚酯单体的方法，包括：

- a. 提供具有进口，出口和内表面的管式反应器，该进口设置在出口的下方；和
- b. 在进口附近将至少一种反应物加入到管式反应器中，以使反应物流过该管式反应器，其中反应物在管式反应器内彼此反应而形成聚
- 20 酯单体和该聚酯单体从该反应器的出口离开。

在另一个实施方案中，本发明涉及制造聚酯聚合物的方法，包括：

- a. 提供具有第一端，第二端和内表面的缩聚反应器，第一端设置在第二端之上，该缩聚反应器在其第一端和其第二端之间是非线性的；和
- 25 b. 将流体聚酯单体导入缩聚反应器的第一端中，以使单体流过该缩聚反应器，其中单体在缩聚反应器内反应而形成聚合物和该聚合物从该反应器的第二端离开。

在另一个实施方案中，本发明涉及制造聚酯聚合物的方法，包括：

- a. 提供具有第一端，第二端和内表面的缩聚反应器，第一端设置在第二端之上，其中缩聚反应器与垂直取向的平面形成一定角度，该
- 30 角度大于零度；和
- b. 将流体单体导入缩聚反应器的第一端中，以使单体流过该缩聚

反应器，其中单体在缩聚反应器内反应而形成聚酯聚合物和该聚酯聚合物从该反应器的第二端离开。

在另一个实施方案中，本发明涉及制造聚酯的方法，包括：

5 a. 提供具有进口，出口和内表面的管式反应器，该进口设置在出口的下方；和

 b. 在进口附近将至少一种反应物加入到管式反应器中，以使反应物流过该管式反应器，其中反应物在管式反应器内彼此反应而形成聚酯和该聚酯从该反应器的出口离开。

10 在另一个实施方案中，本发明涉及让反应物反应成聚酯单体的装置，包括：

 a. 具有进口，出口和内表面的管式反应器，该进口设置在出口的下方；和

 b. 与管式反应器的出口相邻、连接于管式反应器内表面的一部分的溢流堰。

15 在另一个实施方案中，本发明涉及让反应物反应成聚酯单体的装置，包括：

 a. 具有进口，出口和内表面的管式反应器，该进口设置在出口的下方；和

20 b. 引入到管式反应器中的排气机构，以使当从管式反应器的进口流向出口时在其内表面内穿过的流体也流过该排气机构，该排气机构包括偏心的平底渐缩管。

 在另一个实施方案中，本发明涉及让反应物反应成聚酯单体的装置，包括：

25 a. 具有进口，出口和内表面的管式反应器，该进口设置在出口的下方；和

 b. 具有流入液端和流出液端的再循环环路，该流入液端在管式反应器的出口附近与管式反应器实现流体连通和流出液端在其进口附近与管式反应器实现流体连通。

30 在另一个实施方案中，本发明涉及让单体反应成聚酯聚合物的装置，包括：

 a. 具有第一端，第二端和内表面的缩聚反应器，第一端设置在第二端之上，该缩聚反应器作为多个邻接互联区段形成，其中单体沿着

各区段的内表面流动，从缩聚反应器的第一端到第二端，其中相邻区段彼此形成非线性的角度；和

b. 附着于缩聚反应器的内表面上的至少一个溢流堰，其中一个溢流堰位于邻近互联区段的每一个的接合处。

5 本发明为各个和每一个方法实施方案提供装置，和同时提供与本发明的每个装置相关的方法。

本发明的附加优点将部分地在下面的详细说明中阐述，并且部分地从该叙述中明显看出，或通过本发明的实施来学习到。本发明的优点将借助于具体在所附权利要求中指出的各要素和结合来认识 and 实现。应该理解的是，前面的一般说明和下面的详细说明都仅仅是本发
10 明的举例和说明，而不是如权利来要求所述的本发明范围的限制。

附图简述

该附图 - 被引入到本说明书中并构成其一部分 - 说明了本发明的几个实施方案并与叙述一起，用于解释本发明的原理。

15 图 1 显示了典型的聚酯反应温度和压力分布图。

图 2 显示了酯化或缩聚管式反应器的一个实施方案。按照缩聚管式反应器模式，该流入液端和流出液端可以反转（流入液端在 11 和流出液在 12 端）。

20 图 3 显示了对于本发明典型的管式反应器安装费用而言的安装费用/标称管径（英寸）。

图 4 显示了本发明的一个实施方案，它是酯交换或酯化反应器的顶部，其中经过溢流堰流入缩聚反应器中来实施液面控制。

图 5 显示了本发明的一个实施方案，其中现有聚酯生产设备已用一个或多个管式反应器加以改进。

25 图 6 显示了本发明的实施方案，它是较大的装置，其中使用了多个平行酯化和缩聚管式反应器，以及在一个系统中的多种产品的生产。

图 7 a-g 显示了酯化和缩聚工艺两者的蒸汽释出的各种实施方案。

30 图 8 显示了缩聚蒸汽释出的实施方案。

图 9 显示了在利用溢流堰和在溢流堰下游的缩减直径管流动转变系统的一种缩聚区段中层流混合的实施方案。

图 10 显示了使用不同的非线性构型来改变酯化或酯交换反应器压力分布的各种实施方案。这一附图以侧视图给出，显示了在酯化或酯交换反应器管线的每一个弯折之间的垂直位移。

图 11 是对应于图 10 的那些构型的压力分布图的曲线图。

5 图 12a 和 12b 显示了在该工艺中添加剂位置的不同方面。

图 13a 和 13b 显示两个不同的实施方案，其中该浆料罐通过使用再循环环路而省去。

图 14 显示了其中传热介质副回路泵被省去的一个实施方案。

图 15a 显示了典型的先有技术混合和进料系统。

10 图 15b 显示了本发明的省去了各种罐和其它控制设备和单元操作的混合和进料系统的实施方案。

图 16 显示了本发明的实施方案，其中交替的低压和高压构型用于酯交换或缩聚管式反应器。

15 图 17a 和 b 显示了用于缩聚系统的酯化和管式反应器的集成管式反应器的低成本聚酯装置设计的本发明两个实施方式。

图 18 显示了缩聚管式反应器工艺的一个实施方式。图 8 是元件 133 的分解图和图 9 是元件 142 的分解图。

图 19 是其中蒸馏被吸附替代的一个实施方案。

20 图 20a 显示了在水平管中二相流的不同的流动状态 (flow regimes)。

图 20b 显示了蒸汽质量流量对液体/蒸汽质量流量的比率以及与在图 20a 的水平管中二相流的各流动状态的关系。图 20b 也确定了本发明的酯化和缩聚工艺的优选的流动状态。

25 图 21 显示了卸载槽车的本发明的实施方案，不使用罐以最大程度减少投资费用和单元操作，并无需将水送至废水处理。

图 22 显示本发明的一个实施方案，它结合了安全喷淋器，冷却塔，切削机水和 HTM 泵冷却器以最大程度减少该设备中的水系统。

图 23 显示了作为本发明的一个实施方案的减少 EG 喷嘴和省去冷水系统的一种集成的真空系统。

30 图 24 显示了本发明工艺的一个实施方案的酯化和缩聚的双相状态 (regimes)，其中管式反应器用于生产 PET 均聚物。

本发明的详细说明

本发明可以通过参考本发明的优选实施方案的下列详细说明和其中所包括的实施例和参考附图和它们的前面和下面描述来更容易地理解。

在本发明的化合物, 组合物, 制品, 设备, 和/或方法被公开和描述之前, 可以理解, 本发明不局限于特定的合成方法, 特定的工艺, 或具体的装置, 这些当然可以改变。也可以理解的是, 这里使用的术语用于描述特殊实施方案的目的, 在意义上没有限制作用。

在本说明书和所附的权利要求中, 将遇到许多术语, 这些被定义具有以下意义。

正如在说明书和所附权利要求中所使用的, 单数形式“一个”、“一种”和“该”包括复数指示物, 除非上下文另外清楚地指明。因此, 例如, 对于管式反应器的参考包括一个或多个管式反应器。

范围可以在这里表达为从“大约”一个特殊值, 和/或到“大约”另一个特殊值。当该范围表达时, 另一个实施方案包括从一个特殊值和/或到另一个特殊值。类似地, 当值被表示为近似值时, 通过先行词“大约”的使用, 可以理解该特殊值形成了另一个实例。进一步理解的是, 每一范围的端点对于另一个端点都是重要的, 并且与另一个端点保持独立。

“任选的”或“任选地”指随后描述的事件或情形可能或不会发生, 并且该描述包括其中事件或情形发生的情况和其中它们不发生的情况。例如, 短语“任选地加热”指该材料可以或可以不加热和该短语包括加热和未加热过程两者。

残基是指一种结构部分, 它是在具体的反应历程中的化学物质的所获得产物或后来的配制料或化学产品, 不管该结构部分是否实际上从该化学物质获得。因此, 在聚酯中的乙二醇残基是指在聚酯中的一个或多个 $-OCH_2CH_2O-$ 重复单元, 不管乙二醇是否用于制备该聚酯。类似地, 在聚酯中的癸二酸残基是指在聚酯中的一个或多个 $-CO(CH_2)_8CO-$ 结构部分, 不管该残基是否是在通过癸二酸或它的酯进行反应获得聚酯时所获得的。

正如这里所使用的, 预聚物反应器是第一个缩聚反应器, 典型地在真空之下, 并且使聚合物链长度从1-5的进料长度增长到4-30的出口长度。该预聚物反应器典型地具有适用于全部聚酯的相同功能, 但

是一些聚酯具有较短的目标链长度,如10到30。对于这些较短的目标链长度产品,不需要后缩聚反应器(如下所定义),因为该预聚物反应器将提供最终产品。后缩聚反应器是最后的熔融相缩聚反应器,典型地在真空下,并且使聚合物链增长到所需的产物链长度。

5 这里对于聚酯加工所使用的“普通”工艺或装置是指非管式反应器或工艺,包括但不限于,连续搅拌釜式反应器(CSTR)工艺或装置,或反应性蒸馏、抽提或精馏塔工艺或装置,或带有内部构件、螺杆或捏合器的罐的工艺或装置。用于普通的缩聚工艺中的典型CSTR反应器是刮膜或薄膜反应器。

10 现在更详细地参考本发明的优选实施方案,它的例子在附图中进行说明。只要可能,相同的参考编号在所有附图中使用,指相同或类似部分。

本发明包括将反应物转化成聚酯的装置和方法。更具体地说,在一个实施方案中,在第一步骤中,本发明让起始原料(也称为原料或反
15 应物)反应成单体(也称为聚酯单体),然后在第二个步骤中,本发明让该单体反应成低聚物(也称为聚酯低聚物或预聚物),反应成最终的聚酯(也称为聚合物或聚酯聚合物)。如果具有酸端基的物质被加入到第一步中,如对苯二甲酸或间苯二甲酸,则第一步称为酯化反应或反应器。如果该起始原料具有甲基端基,如对苯二甲酸二甲酯或间苯二甲
20 酸二甲基酯,则第一步或第一个反应器是酯交换步骤或反应器。为简单起见,在整个说明书和权利要求中,酯化和酯交换可以互换使用和典型地被称为酯化,但是应该理解,酯化或酯交换取决于起始原料。也应该理解,酯化工艺的输出产物除了含有单体外,还含有低聚物。该缩聚工艺能够是一个整体工艺或能够再分成两个子部分,预聚物工
25 艺和完结(finishing)工艺。在该预聚物工艺中,输出物包括单体,低聚物,和聚合物,其中低聚物典型地占主要地位。在完结工艺中,典型地该工艺的输出产物包括低聚物和聚合物,主要部分的输出产物是聚合物。在该酯化工艺中,有可能让少量的聚合物离开该工艺。同样地,在完结工艺中,有可能让少量的单体离开该工艺。

30 第二步骤称为缩聚工艺或缩聚反应器。在这一实施方案中,第一步或酯化反应器的进口增压侧是在大约大气压力或更高压力下离开,而来自第一步骤的被加入到第二步骤中的输出产物基本上是单体。在

第二步骤中，该单体转化成低聚物，如果需要，它能够在反应器中的例如第一压力分离装置如气压升降器中被分离出来。如果不被分离，则该低聚物进一步在管式反应器中转化成聚合物。

在供选择的实施方案中，第一步骤的进口增压侧在真空下离开(在一个实施方案中基本上将预聚物反应器设置在该酯交换或酯化反应器的顶部)，和低聚物是来自第一步骤的主要产物并作为最终产物被分离或作为原料加入到第二步骤中，在第二步骤中低聚物进行反应而形成聚合物。

本发明对于不同的反应器考虑了许多不同的排列。在一个实施方案中，酯化反应器是与缩聚反应器不同和分离的反应器。单体在酯化反应器中产生，然后加入到缩聚反应器中而生成聚合物。在另一个实施方案中，预聚物反应器被设置在酯化反应器的顶部而形成单独的或整合的装置，据此从组合的酯化/预聚物反应器中产生低聚物，然后加入到缩聚反应器中。正如这里所使用的，对于反应器的组合而言的整合是指将两个反应器组合在一起，以使它们彼此直接实现流体连通并且该反应器基本上彼此和与其它总体反应器系统之间不能区别。在另一个实施方案中，该缩聚反应器与酯化反应器形成整合装置。反应物被输入酯化反应器中和最终的聚酯聚合物产物通过整合装置来生产。在另一个实施方案中，预聚物反应器与酯化反应器相结合使用，作为两个单独的装置或作为整合的单个装置。来自预聚物反应器的低聚物产物作为最终产物被分离。另外，本发明提供了用于制造单体的酯化管式反应器。在另一个方面，本发明提供了缩聚管式反应器装置和工艺。当该酯化和预聚物反应器是作为整合装置来形成时，典型地在这些反应器之间有排气管以便排放水副产物；因此，该排气管作为从酯化到预聚物反应器的交叉点。

该工艺适用于任何聚酯。此类聚酯包括至少一种二羧酸残基和至少一种二醇残基。更具体地说，合适的二羧酸包括优选具有 8 到 14 个碳原子的芳族二羧酸，优选具有 4 到 12 个碳原子的脂族二羧酸，或优选具有 8 到 12 个碳原子的环脂族二羧酸。二羧酸的例子包括对苯二甲酸，邻苯二甲酸，间苯二甲酸，萘-2,6-二羧酸，环己烷二羧酸，环己烷二乙酸，联苯-4,4'-二羧酸，联苯-3,4'-二羧酸，2,2-二甲基-1,3-丙烷二醇，二羧酸，琥珀酸，戊二酸，己二酸，壬二酸，癸二酸，它

们的混合物等。该酸组分能够通过它们的酯，如用对苯二甲酸二甲酯来实现。

合适的二醇包括优选具有 6 到 20 个碳原子的环脂族二醇或优选具有 3 到 20 个碳原子的脂肪族二醇。此类二醇的例子包括乙二醇(EG)，
5 二甘醇，三甘醇，1,4-环己烷-二甲醇，丙烷-1,3-二醇，丁烷-1,4-二醇，戊烷-1,5-二醇，己烷-1,6-二醇，新戊基二醇，3-甲基戊二醇-(2,4)，2-甲基戊二醇-(1,4)，2,2,4-三甲基戊烷-二醇-(1,3)，2-乙基己烷二醇-(1,3)，2,2-二乙基丙烷-二醇-(1,3)，己二醇-(1,3)，
10 1,4-二-(羟基乙氧基)-苯，2,2-双(4-羟基环己基)丙烷，2,4-二羟基-1,1,3,3-四甲基-环丁烷，2,2,4,4-四甲基环丁二醇，2,2-双(3-羟基乙氧基苯基)-丙烷，2,2-双(4-羟基丙氧基苯基)-丙烷，异山梨糖醇，氢醌，1,4-丁二醇丁二酸酯-(2,2-(磺酰基双)4,1-亚苯基氧基))双(乙醇)，它们的混合物等。聚酯可以从上述类型二醇中的一种或多种制备。

15 优选的共聚单体包括对苯二甲酸，对苯二甲酸二甲酯，间苯二酸，间苯二甲酸二甲酯，2,6-萘二甲酸二甲酯，2,6-萘二甲酸，乙二醇，二甘醇，1,4-环己烷二甲醇(CHDM)，1,4-丁二醇，聚四亚甲基二醇，反式-DMCD，偏苯三酸酐，环己烷-1,4-二羧酸二甲基酯，十氢萘-2,6-二羧酸二甲酯，十氢萘二甲醇，十氢萘-2,6-二羧酸酯，2,6-二羟基甲基-十氢萘，氢醌，羟基苯甲酸，它们的混合物等。双官能(A-B型，其中
20 端部不相同)共聚用单体，如羟基苯甲酸也可包括在内。

共聚单体，与普通方法中一样，能够从酯化的开始到缩聚工艺在沿着该工艺的任何地方被添加。具体地说，对于本发明，共聚单体能够在以下位置添加，这些位置包括但不限于，靠近酯化反应器的进口，
25 靠近酯化反应器的出口，在酯化反应器的进口和出口之间的点，沿着再循环环路的任何地方，靠近预聚物反应器的进口，靠近预聚物反应器的出口，在预聚物反应器的进口和出口之间的点，靠近缩聚反应器的进口，和在缩聚反应器的进口和出口之间的点。

也应该理解的是，这里使用的术语聚酯试图包括聚酯衍生物，包括但不
30 限于，聚醚酯，聚酯酰胺和聚醚酯酰胺。因此，为简单起见，在整个说明书和权利要求中，术语聚酯，聚醚酯，聚酯酰胺和聚醚酯酰胺可以互换使用和典型地被称为聚酯，但是应该理解，具体的聚酯

物质取决于起始原料，即聚酯前体反应物和/或组分。

由本发明的方法形成的聚酯是适合于许多应用的聚酯均聚物和共聚物，这些应用包括包装材料，膜，纤维，片材，涂料，粘合剂，模制品，等等。食品包装是本发明的某些聚酯的特别优选的用途。在一个实施方案中，该聚酯包括二羧酸组分，后者包括对苯二甲酸或间苯二甲酸，优选至少约 50 mol% 对苯二甲酸，和在一些实施方案中，优选至少约 75 mol% 对苯二甲酸，以及二醇组分，后者包括选自乙二醇，环己烷二甲醇，二甘醇，丁二醇和它们的混合物中的至少一种二醇。该聚酯可以进一步包括共聚单体残基，含量为至多约 50mol% 的一种或多种不同的二羧酸和/或至多约 50mol% 的一种或多种二醇，以 100 mol % 二羧酸和 100 mol % 二醇为基础计算。在某些实施方案中，二羧酸组分，二醇组分或各自至多约 25 mol% 或至多约 15 mol% 的共聚单体改性是优选的。在一个实施方案中，二羧酸共聚单体包括芳族二羧酸，二羧酸的酯，二羧酸酯的酸酐，和它们的混合物。

在一个实施方案中，该反应物包括对苯二甲酸和乙二醇。在另一个实施方案中，该反应物包括对苯二甲酸二甲酯和乙二醇。在另一实施方案中，该反应物包括对苯二甲酸，乙二醇，和 CHDM。

优选的聚酯包括，但不限于聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET) 的均聚物和共聚物，PETG (用 CHDM 共聚单体改性的 PET)，PBT，完全芳族或液晶聚酯，可生物降解的聚酯，如包括丁二醇、对苯二甲酸和己二酸残基的那些，聚(对苯二甲酸环己烷二甲醇酯)均聚物和共聚物，CHDM 和环己烷二羧酸或环己烷二羧酸二甲基酯的均聚物和共聚物，和它们的混合物。在一个实施方案中该聚酯是通过 PTA 和 EG 反应来制得的 PET。在另一个实施方案中，聚酯是通过 PTA、EG 和 CHDM 反应来制得的 PETG。在一个实施方案中，该反应物不包括酸酐。在一个实施方案中，该聚酯不是聚碳酸酯或 PBT (“聚对苯二甲酸丁二醇酯”)，或从邻苯二甲酸酐或马来酸酐制造的聚酯。

本发明的管式反应器工艺也可用于酯化，缩聚，或两者，对于其中对苯二甲酸被酯化、氢化和聚合形成 PET (或 PETG，如果也添加 CHDM 的话) 的工艺，如在 US 申请 60/228,695，(2000 年 8 月 29 日申请)，和 US 申请 09/812,581 (2001 年 3 月 20 日申请) 中所公开的，它们两者被引入这里供参考。

本发明的聚酯也可含有少量的三官能或四官能的共聚单体，如偏苯三酸酐，三羟甲基丙烷，苯均四酸二酐，季戊四醇，或现有技术中一般已知的其它的聚酯形成用多元酸或多元醇。也可使用交联剂或支化剂。另外，虽然不是必须的，但如果希望的话，可以使用通常在聚酯中所用的添加剂。此添加剂包括，但不限于：催化剂，着色剂，调色剂，颜料，炭黑，玻璃纤维，填料，耐冲击性改进剂，抗氧化剂，稳定剂，阻燃剂，再加热助剂，乙醛减少化合物，氧清除化合物，UV吸收化合物，阻隔性改进添加剂，如小片状颗粒，黑色氧化铁等中的一种或多种。

10 当对苯二甲酸用作这些反应物的一种时，典型地纯化对苯二甲酸(PTA)用作反应物而不是未净化的对苯二甲酸(TPA)或粗TPA(CTA)，虽然TPA和/或CTA可用于本发明中。

本发明的工艺涉及熔体聚合，即，本发明的方法在熔融相中进行，其中反应物处于流体状态。这与在现有技术的某些聚酯工艺中使用的固体缩聚工艺形成对比。本发明的管式反应器工艺因此适合于流体工
15 艺。本发明的聚酯缩聚工艺也区别于其它聚合物工艺，比如，乳液型聚合，它典型地需要第二种或甚至其它的溶剂，而聚酯缩合不需要，并且区别于烯烃聚合，它不必是两步反应，而缩聚是这种情况。

本发明的工艺能够在酯化或缩聚工艺的出口处完成或基本上完成该酯化反应。更具体地说，本发明反应的工艺，在各方面，能够实现
20 至少80%完成，至少85%完成，至少90%完成，至少95%完成，至少97.5%完成，至少99%完成，至少99.5%完成，至少99.9%完成，其中完成是现有技术中通常所用的术语，它指100减去残留羧端基除以非酸端基的摩尔百分数。

25 在实施本发明时，第一步优选在管式反应器中进行。也优选的是，第二步骤(它在第一步骤之后进行)是在相同或不同的第二管式反应器中发生。然而，技术人员会认识到，该酯化步骤能够使用普通的现有技术工艺来进行，然后该缩聚步骤能够在本发明的管式反应器中进行。类似地，酯化步骤通过使用本发明的管式反应器来进行，缩聚步
30 骤能够使用现有技术工艺来进行。根据本发明，第一步骤或第二步骤当中的至少一个是在管式反应器中进行。

这里使用的基本管式反应器装置典型地是轴向细长的、大体上圆柱

形的装置，虽然形状可能改变，如正方形或矩形，如果不损害本发明的目的的话。在某些方面，管式反应器能够简单地是中空或空的或基本上中空或空的管或管道。这里所定义的“中空或空的”是指该管或管道没有附加的设备或内件，尤其没有混合、运输或加热该反应器或排放流体的内部件，如搅拌器，静态混合元件，用于控该流体流动分布的 protruberences 或混合器，填充物，刮刀，转盘，例如，用于刮膜或薄膜反应器中的那些，挡板，塔板，溢流管，螺旋，或加热或冷却环管，它们见于普通的反应器和见于一些管式反应器中。这里使用的中空或空的允许在管内设置流量测量装置，如孔板，或流量控制装置，如控制阀或溢流堰。在本发明的一个方面，该管或管道具有光滑的内表面。本发明的管式反应器不需要在管内部的表面积增加组件，它也不需要膜形成增强器，而后者在现有技术的一些管式反应器设计中使用。

对于用于本发明的第一和/或第二步骤中的管式反应器，设计者可以考虑所希望的容量，质量，搅拌，传热面积，和分离的标准。该设计者也可考虑反应器的工作容积，传热面积，液体的表面积，蒸汽管内流通速率，反应器蒸气速度，进入反应器和从反应器中出来的工艺流速，和传热介质流速也可以考虑。更具体地说，对于反应器的各区段所需要的各管径的长度， l ，可通过使用反应器体积， V_r ，和以下公式来计算：

$l = V_r / (\pi r^2)$ ，其中 r 是管半径。

对于各区段所需要的表面积， A ，可以计算如下：

$$A = 2 * l * \text{SQRT} (r^2 - (r-h)^2),$$

其中 h 是在管中液体的高度和其中 r 大于 h 。

这些计算能够通过考虑传热面积，蒸汽速度（在大多数标准反应器中的蒸汽流是垂直的，而在管式反应器中典型地是水平的），和工艺流动速率，对于各反应区段来反复进行。这样，能够确定各管径的长度。图 3 含有该计算的实例。太小的管尺寸会产生起泡沫问题，该泡沫不会破裂，而太大的管尺寸会引起跨越该流体高度的太大压降。反应器不仅受限于这些设计标准，因为其它因素可能导致非最佳成本设计，如材料可获取性或反应器的表面积的次优化。在某些方面中，该管尺寸是 2 英寸到 24 英寸，优选 6 英寸到 16 英寸，更优选 12 到 16 英寸。

在本发明中管式反应器的使用不必改变反应条件和投入到反应器

中的原料。然而，反应条件能够是不同的，事实上，对于本发明的管式反应器系统可加以改进。在某些实施方案中，管式反应器条件与现有技术的反应器条件相比得到改进，允许增强的性能，如较高纯度产物(例如，较低 DEG 杂质)或改进的颜色。

- 5 技术人员能够以制造聚酯的现有技术方法为基础来确定此类操作参数，作为出发点。在一个方面，现有技术的操作条件是 20-400℃ 的反应器温度，优选高于在反应器组中的任何给定点中该流体本体的熔点，从完全真空到 500 psig 的压力，至多约 8 小时的停留时间，和 1.005:1 到 6.00:1 的摩尔比，以二醇残基与二羧酸残基的摩尔比为基础，
10 其中该酸残基基于酯和二醇残基基于二元醇。这些条件或其它现有技术操作条件能够改进和优化以用于本发明的管式反应器设计。

除这一常规的综述之外，特定的酯化和缩聚管式反应器工艺和装置的考虑因素和属性将更详细地在下面以及在与本发明的管式反应器系统有关或无关的某些其它发明中进行讨论。

15 酯化步骤

对于在“酯化步骤”这一节下面的以下讨论，包括全部小节(压力分布图，加热等)，除非特定地有相反指示，否则在下面这一节中讨论的本发明的工艺和装置同样地适用于并能够用于缩聚工艺和装置。

- 20 正如以上所指出的，在一个实施方案中第一步包括使用管式反应器让起始原料反应成单体。在图 2 中示出的一个实施方案中，管式反应器 10 具有进口 12，出口 11，外表面，和内表面。在一个方面，管

的内表面在横截面上是圆形、正方形或矩形的，优选圆形的，因此形成了内直径。

对于酯化和缩聚管式反应器，该管式反应器优选是由不与流过内表面的物料反应的材料形成，其中包括，例如，钢，铁，合金，钛，
5 哈斯特洛伊耐蚀镍基合金，不锈钢，碳钢，镍，铝，铜，铂，钯，锂，锗，锰，钴，锌或它们的结合物。其它结构材料包括，但不限于，玻璃，陶瓷，有衬层的管，和塑料如丙烯腈-丁二烯-苯乙烯树脂 (ABS)，聚丁烯 (PB)，聚乙烯 (PE)，聚氯乙烯 (PVC)，氯化 PVC (CPVC)，聚丙烯 (PP)，玻璃纤维，聚四氟乙烯，和增强环氧树脂。通常使用不锈钢，
10 哈斯特洛伊耐蚀镍基合金和钛，归因于它们的性能，可获取性和成本。对于酯交换和缩聚，催化材料也可用于该管。

在使用中，反应物典型地在靠近或接近进口 (即与出口相比更接近进口) 或邻近于该进口 (非常接近于进口或在进口处) 被加入到管式反应器中。作为流过该管式反应器的反应物，该反应物在管式反应器内
15 彼此反应而形成单体，使得所形成的单体从出口离开。然而，不是所有的反应物必须在从进口横穿到出口的同时反应成单体 (即一些反应物在没有反应成单体下离开出口)，这仍然属于本发明范围。另外一些单体可以反应形成低聚物，这仍然属于本发明范围内。在接近于或邻近于管式反应器的进口被添加或注入的反应物可以是液体，气体，固
20 体，或淤浆的形式，或其它相的混合物。

最容易将反应物作为液体添加 (例如 EG 和 DMT)，因为这些反应物可以独立地直接泵入管式反应器的进口或在该进口的上游或下游的另一个位置。在一个特殊的设计中，一种反应物可以经过管式反应器的进口被添加和另一种反应物在进口的上游添加。在另一个特殊的实施
25 方案中，一种或多种反应物可以经进口添加和另一种反应物可以在进口和出口之间沿着管式反应器的长度在一个或多个位置添加。

当该反应物是流体时，可以使用泵，它在高于大气压力的压力下排出反应物，典型地靠近该管式反应器的进口。更具体地说，泵能够在足以让物料贯穿该管式反应器和从出口离开的压力下排放反应物，
30 这包括克服摩擦力或损失，在势能上的变化 (高程)，和阻止物料流过管式反应器的其它力。该泵能够是现有技术中已知的任何泵，它的非限制性例子包括离心泵 (包括在线立式离心泵)；正排量泵；动力 (活

塞);螺旋桨(双头,单头,计时,不限时的);旋转(齿轮,多重-旋转螺旋桨,圆周活塞,lore,旋转阀,或柔性构件);喷嘴(喷射器单喷嘴或多喷嘴);或弯管泵。这些反应物能够单独泵抽或预先混合和一起泵抽。

- 5 流体反应物容易被泵抽,单独地或混合在一起,但是固体反应物更成问题。正如以下更详细地讨论的,固体反应物能够通过使用浆料泵,混合罐,独特的混合和进料系统,与浆料罐一起整体构造的再循环环路,或这些装置和方法的结合来添加。需要足够的混合来溶解在液体中存在的任何固体,和提供气体/液态混合以驱动该酯化反应。优选,气体/液体混合物在酯化反应器中处于气泡或泡沫状态。

压力分布图

- 在优选的实施方案中,与在邻近出口的地方在内表面上单体和/或反应物的压力相比,在邻近进口的地方在管式反应器的内表面上反应物的压力是较高的或更大的。为了实现这一压差,管式反应器的进口
15 优选在被设置时要求在高度上低于出口(如图2中所示),使得在管式反应器的内表面之内所含有的流体产生的流体静压力部分地导致了压差。也就是说,在下游和上游位置之间存在着流体静压力,使得在流体向上流经管式反应器时,该压力会增高。该流体静压力是液体密度(温度和组成),空隙率(添加的反应物,温度,产生的反应副产物,从
20 反应器中除去的气体量),在反应器内两点之间的高度或高度差异,和由于在管内的流动所引起的压降(流速,粘度,管直径)的函数。

- 该酯化管式反应器也能够采取不同的形状。例如,在一种设计(未显示)中,该管式反应器在进口和出口之间基本上是线性的,使得该管式反应器在轴向上是细长的。在另一个实例中,该管式反应器基本上
25 是非线性的。在另一个实例中,该管式反应器具有交替的线性和非线性性的区段。

- 该管式反应器能够是基本上垂直的,水平的,或在两者之间的任何角度。该管式反应器取向能够与垂直面形成任何角度,从0度(垂直,即垂直于地面或底座)到90度(水平或平行于水平面)。在各方面,该
30 管式反应器能够与垂直面有0°,10°,20°,45°,60°,75°,85°,89°或90°的角度。该管式反应器与垂直面的取向角取决于许多条件,特别是所要制造的产物和所希望的压力分布。例如对于PET生产,如果使

用对苯二甲酸，水平取向是优选的，而如果使用 DMT 工艺，垂直取向是优选的。对于 PETG，垂直取向是优选的。

在各实施方案中，该酯化管式反应器能够具有立式构型。在此类垂直构型的各实施方案中，管式反应器的进口能够位于出口垂直下方的至少 20, 50, 75, 80, 90, 或 100 英尺。在其它实施方案中，该进口能够位于出口垂直下方的 20 到 200, 50 到 200, 50 到 175, 90 到 150, 或 100 到 140 英尺。

另一个同样有前途的设计包括在进口和出口之间是非线性的管式反应器。一种这样的设计示于图 2 中，其中该管式反应器是在前平面视图中的曲折状。非线性的管式反应器的其它形式包括，但不限于，以下设计：扭转；缠绕；双股缠绕；盘管；扭弯；环绕(曲线运动)；盘旋；扭曲；曲折；转角；弯曲；和/或迷宫式。

在另一个设计中，该管式反应器沿着非线性、水平走向从进口延伸到出口，然后以另一非线性水平面走向垂直地延伸到另一水平面，而且这一过程可以重复到所需的任何高度(和宽度/长度)。这产生了具有层状非线性、水平走向的堆叠设计。

在供选择的实施方案中，该酯化(或缩聚)反应器能够是一系列的上下垂直段(rises)。具体地说，该酯化反应器(或缩聚)与图 2 的相当，但旋转 90 度。即参考图 16，该起始原料在 12 处被泵进，并以交替的形式垂直向上和垂直向下。这一设计让进料在压力下进入，然后走向低压，和再回到高压，随后前后交替。蒸汽能够在低压区段中被除去。流出液在 11 处离开。

在这些非线性的设计中，该管式反应器优选包括在进口和出口之间设置的多个弯管。这些弯管通常构成四十五(45)或九十(90)度的角度，但其它角度也可考虑。当反应物和/或单体贯穿该弯管时，各弯管改变管式反应器内的流向。流动的方向可以相对于静止水平面如建筑物的地面，或相对于静止垂直面如建筑物的墙壁，或相对于静止水平面和垂直平面两者来改变。当该反应物和单体流过该弯管时，与管式反应器的直线段相比物料有更理想的混合。

还可考虑设计该管式反应器以获得所希望的压力分布。本技术领域中的技术人员会认识到，当反应物和/或单体处于液体形式时，液体的压力在它沿着水平取向的管式反应器的一部分流动时基本上是恒定

的。即，沿着管式反应器的水平区段没有流体静压力差别，但是当液体流向下游时发生摩擦损失，这将改变沿着管式反应器的水平区段的压力。相反，当管式反应器的该部分是以更垂直地流向下游的方式取向时，流体的压力则以增加的速率下降。

5 现在参考图 10 和 11，这些工程原理可用于本发明的实施方案中对流过该管式反应器的反应物和/或单体产生所需的压力分布。图 11 的分布图 21-25 对应于图 10 的视图 21-25。改变该管的构型会改变该压力分布。图 10 和 11 在原理上是正确的，但是实际上，沿着水平管的压降仅仅通过沿着管长度的摩擦压降来减少。水平管的仅仅垂直尺
10 寸会导致在管式反应器内的相当低的压力，因此在直立或垂直取向的区段中出现主要压降。因此，描绘了压力与长度或时间的关系的图 11 事实上以脉冲方式，而不是以所描述的单调(monatomic)方式出现。以简图的这一理解描述各构型。图 10 的视图 21 是一系列的等间隔的管，若假设等流体密度和空隙率，它们导致在反应器中的线性压降。视图
15 22 显示了管式反应器，在开始有较小的压降和在后四个加宽间距的反应器区段中有较大压降。在图 10 的视图 23 中描绘的管式反应器具有大的初始压降，这由增大的垂直部分产生和在反应器的后四个区段中的较小压降。视图 24 显示了具有四个区段的管式反应器，每一区段有小的压降和在各区段之间有大的压降。视图 25 设计允许该反应器分步
20 降低压力。正如所指出的那样，对于视图 21 至 25 的压力分布以图示方式作为分布图 21-25 显示于图 11 中。应该认识到，这里所述的构型是仅仅举例而已。许多其它构型能够根据这里所讨论的原理来设计。

在另一个实施方案中，可以考虑在与出口大致相同的垂直高度上有进口(即大致上水平取向的管式反应器)，以使得在进口的压力将大
25 于出口的压力，这归因于当物料沿着管式反应器的内表面流动时所存在的摩擦损失。在进口和出口之间的压差将不如具有比出口更高(垂直高度)的进口的那一实例那样大。虽然是不理想的设计，但是也在本发明范围内的是将反应管取向，使进口在垂直高度上高于出口。

随着流体在真空下向上流动，在酯化反应器的顶部中的压力将处于真空之下。在一个方面，在该真空区段之前，排气管可用于除去大
30 部分的水。在这一实施方案中，缩聚反应器的第一部分将放置在酯化反应器的顶部上。这将使该装置工艺变得更小，该缩聚工艺/装置的一

部分在酯化侧。在另一个实施方案中，也可省去在该设备中的最长的汽压升降器。另外，在另一个方面，热交换器可在排气管之后用于该反应器管线中。

加热

- 5 加热反应物会提高反应速率，有利于形成单体和发生缩聚。因此，本发明的另一个任选的特征是用于加热贯穿管式反应器的反应物和/或单体的装置。而且，沿着管式反应器的内表面加热该物料至沸腾会通过如下来加强混合：(1)在由沸腾所形成的气体/蒸汽和沿着管式反应器流动的周围液体(或固体)之间产生浮力差别和(2)破裂由在管式
- 10 反应器的内表面和与内表面接触的物料之间的摩擦力所产生的边界层。在各方面，在酯化工艺、缩聚工艺或酯化和缩聚两工艺中的至少一些流体被加热至沸腾，以获得有效的混合。在其它方面，至少一些流体能够利用其它方式，如通过降低系统压力或添加比需要沸腾的流体有更高蒸汽压的组分，来调节至沸腾。本领域中的技术人员会认识
- 15 到，对于泡核沸腾(即独个气泡或泡柱的产生)有最高的传热速率，但是也考虑其它类型的沸腾。

下面的表提供了本发明所要处理的举例性组分的沸点。当然，除以下所列举的那些以外的其它组分也可使用：

组分	沸点温度(℃)
乙酸	118.5
己二酸	330 分解
间苯二酸 (IPA)	升华
磷酸	213
对苯二甲酸	301.4
甲醇	64.5
1-丁醇	117.8
异丙醇	82.5
异丙氧基钛	82.5
二氧化钛	73000
偏苯三酸酐	390
乙酸锌	100 损失水, 然后升华
氧化锑	1100
乙酸钴四水合物	140
1,4-环己烷二羧酸二甲基酯	265
间苯二甲酸二甲酯	282
对苯二甲酸二甲酯 (DMT)	288
丁二醇	230
环己烷二甲醇 (CHDM)	284-288
二甘醇 (DEG)	245
乙二醇 (EG)	197
三甘醇	290

- 管式反应器的加热设备能够采取很多形式。该管式反应器可以通过流过各表面的多种介质来加热。更优选, 本发明包括传热介质
- 5 (“HTM”), 它与沿着管式反应器的至少一部分在其进口和出口之间的该管式反应器的外表面实现热流通。该传热介质能够围绕该外表面的整个外径并且基本上延伸该管式反应器的全长。也可通过插入换热器或通过添加热或处于蒸汽状态下的反应物来进行加热。在一个方面, 在

PET 或 PETG 工艺中, 该乙二醇和/或 CHDM 能够趁热或以蒸汽状态添加。另外地, 可以使用感应加热或微波加热。

热交换器可用于反应物进料管线中以加热或汽化反应物。热交换器还可以在该管式反应器中间使用, 其中该管式反应器处于不同的区段中和来自各区段的各流出液被输入到热交换器以加热该反应物和/或单体单元。在该管式反应器系统中的这一热交换器是尤其有用的, 如果管式反应器使用无夹套的管的话。热交换器能够是反应器组的低成本组件, 这取决于套管的安装费用与换热器的安装费用。典型地, 在该酯化和早期的缩聚中, 流体的温度控制停留时间, 因此热输入是限制性设计因素, 而不是反应动力学。所以, 为了最大程度地减少体积和费用, 快速的加热能够加速该工艺。换热器能够在沿着长度方向的任何位置插入, 如在酯化反应器、缩聚反应器或再循环环路的进口和出口中间或靠近或邻近进口或出口, 或在任何反应器之间(在酯化反应器之间, 在缩聚反应器之间, 或在酯化和缩聚反应器之间), 邻近或靠近该酯化或缩聚反应器的任何一个的进口或出口, 或靠近、邻近或在任何汽压升降器内。优选, 热交换器位于各反应器区段的开始, 其中压力发生变化, 因为蒸发作用会冷却该流体。因此, 如以下所述, 靠近或邻近该汽压升降器插入热交换器是有利的。如果无夹套型的管用于酯化, 则低成本的选择是在酯化工艺的开始使用热交换器, 和沿着反应器的长度使用附加的热交换器以便随着副产物蒸发而使温度回落。在一个方面, 该换热器在酯化工艺的开始被密集和稍后被拉大距离, 因为在酯化的开始, 蒸发的副产物的量更大。

传热介质的一个例子包括包围管式反应器的外表面的多个电加热组件。也考虑使用包围外表面的套管, 其中该套管具有比管式反应器的外表面更大的内表面以便在外围形成环形空间。传热介质, 包括例如液体, 蒸气, 蒸汽, 过热水, 压缩气体, 冷凝的蒸气气体, 输送的固体, 电伴热, 电加热组件, 或它们的联合, 被定位于该环形空间之内。对于流体传热介质(即, 液体, 蒸气, 或蒸汽)的使用, 环形空间应该在横向上是密封的, 使得流体在该进口和出口之间纵向流动。更具体地说, 希望在这一实施方案中使用流体传热介质, 该流体在环形空间中的流动方向与流过管式反应器的物料的方向相反(即传热介质从出口流动到进口, 因为反应物和单体从进口流动到出口), 虽然并流

HTM 流径也可以使用。

以该传热介质流速为基础，设计者必须保证在工艺管道和套管之间的环形空间中传热介质的速度属于优良管道设计的合适速度。对于本专利申请，大约四到约十八英尺/秒线性速度的速度一般认为是合适的。如果该速度太高，则套管直径必须增大。

也可设想的是，传热介质还可以流过该内管或处于内管之内而工艺流体处于在内管的外表面和外管的内表面之间的环形空间之中。这一设计可减少工艺管道的表面积和需要较大的外管，但是对于一些传热介质如高压介质则是有益的。HTM 同时在工艺流体的内部和外部，而工艺流体在中间的环形空间之中可以增加更多的面积。

如果希望在反应器的区段中有更多的传热，则表面积与工艺体积比必须增大。这伴随使用更小直径的工艺管道。较小的工艺管道将增大工艺线性速度，但是只要该流速不致于高到它引起管道腐蚀并且不处在管式反应器的拆卸部分中，则是可接受的。这些较高表面积的区段将影响管式反应器的成本。如果该工艺流速太高，则应使用多个平行管。

脱气

在从进口流动到出口的同时，反应物，单体，低聚物，聚合物，和副产物将因为化学反应、加热或其它原因而形成蒸气或气体。本发明也任选包括用于在管式反应器的进口和出口中间和/或在出口处，靠近出口或邻近出口处，从管式反应器中除去蒸气的设备。这一除去有助于驱动该反应达到有利的平衡和/或控制相流动达到所希望的状态。在某些方面，该除去位置能够是在一个或多个或全部区段（“区段”指酯化区段和各缩聚区段）的末端和/或在各反应器区段之内的一个或多个位置。

参见图 20A，显示了在水平管中的二相流的八种不同的流动状态。暗区代表液体和亮区代表气体。在泡流状态，气体的气泡沿着管的上部移动，大致与液体的速度相同。在活塞流状态，液体和气体的交替的活塞流沿着管的上部移动。在分层流状态，液体沿着管的底部流动和气体在上方流动，在平滑液体/气体界面之上。波式流动类似于分层流动，只是气体以更高的流速移动和界面受到在流动方向传播的波的干扰。在段塞(slug)流状态，该滚进波被更快速运动的气体所夹带而

形成段塞，它以高于平均液体速率的一种速度下穿过管道。在环形流状态，液体以在管内壁周围的薄膜形式流动而气体在高速度下作为中心核心来流动。该表面既不是对称的，也不是平滑的，而类似于被叠加在高速气流(squalls)之上的滚进波，如对于波式流动已指出的。在分散或雾状流动中，大部分的液体作为喷雾被气体所夹带。该喷雾似乎是由将液体劈裂离开该滚进波的波峰的高速气体所产生的。沫状流类似于泡流，仅仅有更大的泡或空隙率。参见，Robert S. Brodkey, "The Phenomena of Fluid Motions", Addison - Wesley Series in Chemical Engineering, 457-459 页, 1967。

对于本发明的酯化工艺，在管式反应器中的沫状流或泡流是在其中操作的最佳方式，因为它提供了蒸气和液体的良好混合以利于该反应。对于本发明的缩聚步骤，在管式反应器中的分层流动是最佳流动方式，因为它提供蒸气副产物从该液体产品中的良好离析。分层流动也是在酯化或缩聚中本发明管式反应器的放气的最佳流动。从图 20B 中可以看出，它是蒸气质量流量(By)与液体/蒸气质量流量的比率(Bx)的 Baker 曲线，显示了在水平管中二相流的各种流动状态。对于两相流的 Baker 曲线，一般参见例如 US 专利 6,111,064。如上所述，沫状流或泡流对于酯化工艺是最佳的，而分层流动对于缩聚工艺的预聚物和后缩聚步骤是最佳的。段塞和活塞流可能导致设备损害，环形的和分配(disbursed)，提供太低的停留时间，而波式流动将工艺液体夹带到气流中，这引起在气体处理设备中的结垢。

在某些实施方案中，在酯化的早期部分中，固体能够存在，这会产生三相流。然而，以上所述的最佳流动状态与液体和气体有关系。固体事实上不影响气体/液体流状态，但是应该指出，为了获得透明度，如果存在固体，它不能是真实的二相流，因为存在第三(固体)相。

在流体状态之间的运动可通过改变设备容量，提高再循环比率，改变在该工艺中的再循环除去位置，排放蒸气，改变管径，使用平行管，利用诸如温度、压力、组成之类的措施改变物理参数，添加稀释剂或惰性组分，或通过其它方式来实现。

参见图 20B，对于酯化工艺，为了在图的右手方向上运动，该再循环能够在量或比率上提高以实现沫状或泡状。为了在图上向上运动，使用较小直径的管。向左运动，可使用附加的通路。对于该缩聚工艺，

如果该蒸气速度太高，则附加的平行管能够被增加来降低蒸气速度，以获得分层的二相流状态。

图 24 显示了本发明制造 PET 均聚物方法的一个实例的可能的一组双相状态。在这一实施方案中，该酯化反应器在沫或泡状态下在位点 400 处开始，并随着该工艺贯穿该反应器进行，缓慢地移动至位点 401。在分层流区段中的位点 402 处，两相的分离降低了速度，然后贯穿第一压力区分离器，例如汽压升降器，进入到在位点 403 处的缩聚第一阶段。该工艺沿着通路进行到位点 404，直至到达了第二压力区分离器，使流动状态移动到位点 405。该工艺沿着通路行进穿过位点 406，到达最后压力区段分离器。最终的缩聚区段没有显示，因为它不在这一图解的规模上，但具有与开头两个区段相同的图案。

另外，从系统排放气体能够控制蒸气流以及液体/蒸气流的比率。排气可除去蒸气。这使该工艺向下运动(较少蒸气流)和向左运动(较高的液体/气体的比率)。下面的实施方案显示了一些方法，它们用于在图中任何方向上运动以改变流动状态。

夹带气能够通过脱气外壳体(enclosure)中流体流速的控制降低，连同从脱气外壳体中收集气体的控制排放，从泵抽的液体中排出。更优选地，已经发现在泵抽的流体流中夹含的气体能够通过流体流的流路中引入一定长度的脱气管道而从泵抽的液体中分离出来，并通过立管或流量控制排气管而释放所分离的气体。这里使用的术语“夹含”和类似术语，是指在流体中存在的未溶解气体；例如，在流体中的气体呈现泡，微泡，泡沫，沫等形式。

在一个目前优选的实施方案中，该蒸气排放设备或脱气设备包括引入到管式反应器中的排气管或排气机构。排气机构在定位之后应使得全部或一部分在管式反应器内表面之内贯穿的反应物和单体，当从进口流动到出口时也流过该排气机构。

现在参见图 7a-7f，该排气机构用于减慢在管式反应器中的反应物和/或单体的速度达到足以允许夹带气从该流体反应物和/或单体中分离的一种程度。该排气机构优选产生层流，分层流，非圆形流，双相气体/液体流。为了提供所希望的双相(气体/液体)流而在排气机构中减小速度的程度能够由本技术领域中的技术人员通过使用(1a)可能存在的气泡的尺寸和流体的粘度，或(1b)该液体和气体两者的物理性

能, 和(2)预料的流过该管式反应器的流速来确定。排气机构的内部尺寸经过选择后提供比管式反应器邻近排气机构处的横截面积更大的供流体输送用的横截面积。基于质量流速原理, 因为内径增大, 恒流速的速度会下降。对于较慢的速度, 气体会上升并从溶液中逸出, 一直到所释放的气体的压力阻止额外的气体从溶液中逸出为止。排放所释放的气体可使附加的气体从溶液中逸出, 因为在溶液中的气体和从溶液中逸出的气体之间最初存在的平衡发生偏移。

对于在本公开物中公开的在反应物和/或单体中的夹带气的分离, 例如, 希望该排气机构降低流体流过的流速, 使得优选在酯化工艺中实现沫状或泡状二相流状态和优选在该排放和缩聚工艺中实现分层二相流状态。流体在排气机构中的停留时间也通过排气机构长度的合适选择来控制, 以允许在排气机构内在减慢的速度下有足够的时间, 使得夹带气从液体中充分分离。对于具体的流体流的合适停留时间可由本领域中技术人员通过实验或依据经验来确定。

为了获得最好的结果, 该排气机构基本上水平设置或取向, 以使得在流过它的反应物和单体内的蒸气和气体将基本上水平地流动并在排气机构的顶部区域中收集。所希望的排气机构的属性使得从溶液中逸出的气体被任何设计所捕集, 该设计能够让液体在底部上通过但限制气体在顶部中的流动。

用于从液体反应物和单体中气体分离的几种设计包括, 但不限于, 在图 7a-7f 中的那些。在图 7a-7f 中的各实施方案具有接收该流体和气体/蒸气混合物的进口 31, 流体出口 32, T 形管 36, 和气体/蒸气出口 33。该排气机构能够包括偏心圆平底渐缩管 37 以减慢该流体进入分层状态的速度和最大程度地减少该液体夹带到蒸气中。

该渐缩管允许具有一定量的表面积, 使得在液面上的蒸气速度足够地缓慢, 这样当蒸气释放时该蒸气不会拖带液体, 和具有足够的液体通路横截面积, 使得线性速度足够缓慢, 蒸气泡利用浮力差别从液体中分离, 引起两相分离。当对于管径或反应器容量没有限制时渐缩管是优选的。如果管径被限制而设备容量没有限制, 渐缩管的替代方案是提供管并且是平行的, 以便在更短的通路长度上提供较低的线性速度和更大的表面积。

该排气机构优选具有比管式反应器的内径更大的有效性内径(或

更大的流动面积)。速度还可以通过使用在图 7f 中示出的多个平行管来降低。在一个方面,图 7f 的系统不需要在进口上的渐缩管。在图 7e 和 7f 中的构型能够用 38 处的溢流堰(逆转溢流堰)进一步增强,它处于在 T 形管 36 和在 T 形管右边的肘管之间的管的上半部分中。

5 当气体和蒸气从排气机构内的溶液中逸出时,它们必须被除去。为此目的,该排气机构优选进一步包括联接于排气机构的直立脱气立管。该脱气立管具有与排气机构实现流体连通的接收端和在垂直高度上高于入口端的位置相对的排气端。虽然考虑直线实施方案,但是优选的是,该脱气立管在接收端和排气端之间是非线性的。

10 在一个实施方案中,该排气管进一步包括联接于排气管的直立式脱气立管,其中脱气立管具有与排气管实现流体连通的接收端和在入口端之上垂直地设置的相反侧排气端,和其中脱气立管在接收端和它的排气端之间沿着其纵向非线性地延伸,和其中脱气立管由彼此实现流体连通的三个邻接段组成,第一段与接收端相邻并基本上垂直地从
15 排气管延伸,第二段联接于第一段并从平面上看以相对于第一段的一定角度来取向,和第三段联接于第二区段并从平面上看以相对于第二段的一定角度来取向,使得第三段基本上水平取向。在一个方面,该排气管是联接于第三段水平管的第一段立管,而第二段管以除了 0 或 90 度以外的任何角度,优选以 45 度角度连接垂直与水平管。在各方
20 面,大体上垂直的,相对于第一段,包括,第一段以相对于垂直面约 0 - 约 60 度的角度,相对于垂直面约 0 - 约 50 度的角度,相对于垂直面约 0 - 约 45 度的角度,相对于垂直面约 0 - 约 30 度的角度,相对于垂直面约 0 - 约 15 度的角度,或相对于垂直面的约 0 度(垂直)而取向;第二段以相对于垂直面的约 5 - 约 85 度,约 15 - 约 75 度,约 30 - 约
25 60 度,或约 45 度的角度而取向;和大体上水平的,相对于第三段而言,包括以相对于水平面正或负约 45 - 约 0 度,正或负约 30 - 约 0 度,正或负约 15 - 约 0 度,正或负约 5 - 约 0 度,或约 0 度的角度而取向。相对于第三段的正或负在意义上指第一和第二段典型地以相对于垂直面的一定角度来设置,使得流过的蒸气或气体流沿着向上方向前进(液体最初向上前进但然后在完全分离之后沿着向下方向运动回到该工艺
30 中),而第三段能够沿着向上,水平,或向下的取向被取向。在另一个方面,第一段以相对于垂直面的约 0 度 - 约 60 度角度取向,第二段以

相对于垂直面的约 5 - 约 85 度角度取向, 而第三段以相对于水平面的约 0 - 约 45 度角度取向。在另一个方面, 第一段是以相对于垂直面的 0 度角度取向, 第二段是以相对于垂直面的 45 度角度取向, 和第三段是以相对于水平面的 0 度角度取向。优选地, 第一段是以相对于第二段的大约 45 度角度取向, 和第三段是以相对于第二段的大约 45 度角度取向。优选, 该第三段与实现流体连通的生产流水线保持并流, 如图 7g 中所示, 如果图 7g 的设备在其中出口 33 连接于进口 34 的图 7a-7f 上直接设置或颠倒, 则被示出, 或如图 8 中所示(假设元件 137 处于与 T 形管 36 或 139 相同的平面视图平面上)。然而, 该第三段能够是逆流的, 或甚至在并流和逆流之间的点。逆流能够提供更有效的分离, 但存在着设备布置缺陷。因此, 该脱气立管产生了从第一段到第二段的非线性通路和然后从第二段到第三段的另一个非线性的通路。在另一个方面, 该第三段是以相对于水平面的负 45 度角度设置, 在第三段中产生向下流动通路, 和对于这一方面, 优选该第三段是以相对于第二段 90 度角度而取向, 它优选以相对于垂直面的 45 度角度取向。该排气管是发挥分离功能的极低成本构型, 在排气管的基本管道设计中没有运动机件, 而且排气管仅仅是空的管。

如图 7g 和图 8 中所示, 脱气立管的优选实例是在彼此实现流体连通的三个邻接区段中形成的: 第一区段邻近接收端并大体上垂直地从该排气机构延伸; 第二区段联接于第一段并从平面上看以相对于第一段的大约 45 度角度取向; 和第三区段联接于第二区段并从平面上看以相对于第二区段的约 45 度角度取向, 使得该第三区段大体上水平地取向。

共同的特征是该立管垂直地取向和该排气机构水平地取向, 这产生了从进口到出口的非线性通路和因此使气体逸出但液体不会从立管中流出。参见图 7g 或图 8, 排气机构排列同样适用于该酯化工艺, 管长度 136 和 145 经过调节直到从组件 144 (或在图 7g 中的进口 34) 到组件 137 的直线通路变得不可能为止。因此, 在进口 34 和出口 35 之间不存在直线通路。这一非线性会引起蒸气中的全部或大多数液滴撞击在排气管的一些表面上。因此, 图 7a-7f 显示了六个不同的蒸气分离排列, 图 7d, 7e 和 7f 的实施方案是最优选的, 因为它们不具有凹陷点, 后者在排放操作中是有害的。在图 7a-7f 的各实例中, 图 7g 气体

/蒸气进口 34 的实例是与图 7a-7f 的排放“T 形管” 36 的出口 33 实现流体连通地设置,使得蒸气首先前进穿过图 7g 的垂直段,然后穿过对角段,然后穿过水平段,和从出口 35 离开。

也希望在脱气立管内包括流量控制装置以控制流过该管的流体的流量。该流量控制装置可以是,例如,孔板;减压阀;控制阀;手动阀;异径管段;出口压力控制;喷嘴;和/或穿过液体形成的压头的气泡。

该流量控制装置优选导致在管式反应器这一距离中所产生的蒸气的大约百分之九十通过,而剩余的百分之十被液体所保留。这一大约九十/十的百分比率确保了液体不穿过气体管路并保留了大约百分之十的气体以混入该管式反应器中。所产生的气体的量不能接近最大值百分之一百,因为液体与气体会一起流入立管中。

脱气立管的排气端典型地与蒸馏系统(蒸气流过它或被放空)实现流体连通。也有可能将蒸气排放到环境中。当排气端与蒸馏系统实现流通时,在脱气立管的排气端处的压力能够加以控制,而当排放到环境时,排气端处于大气压力下。

本领域中的技术人员会认识到,蒸气除去的效率可通过增大邻近该排气机构且在该排气机构之前的管式反应器的内径来改进,以最大程度地提高液体的表面积和最大程度地减小在管径的一半处表面上的蒸气速度。如果在分离的附近处在管中的速度太高,则管径将按照例如在图 7d 中所示膨胀。在一些实施方案中,该扩大段优选具有偏心圆平底渐缩管,以防止在反应器中形成气阱。这些气阱减少了反应面积,因此降低了能力,和不能在工艺中容易地排除。在图 7d 和 7f 中示出的构型不会捕集液体并使得在装置停机时可以完全排出。该排气机构能够具有与它所连接的管道相同的尺寸,更小或更大的直径。在一个方面,该排气管是比需要排放的管管径更大的至少一种标准管,在另一个方面,是需要排放的管的尺寸的两倍。因为这里的管式反应器设计的典型最佳管尺寸正常是现有的最大管尺寸,所以让排气管大于需要排放的管是不实际的,用于降低速度的多个排气管能够作为替代设计方案来使用,如图 7f 中所示。

如果需要或希望有附加的表面积,则可以在同一高度安装附加的管,其中附加的管彼此平行和全部包括排气机构(参见,例如,图 7f)。

这一系列的平行管和排气机构提供了从反应物和单体中分离气体的附加面积。

本领域中的技术人员将会认识到，不需要脱气来维持管式反应器内的反应，但是气体的排出可通过除去限制性物质来增强反应速率。

- 5 这一气体除去也减少了空隙率，使最终的反应器体积变小。

本领域中的技术人员还认识到，多个排气机构能够在管式反应器的进口和出口之间用于该管式反应器。例如，在一个实施方案中，酯化或缩聚反应器具有第一段和第二段的至少两个段，和其中在缩聚反应器中降低了压力，该降低(压力)步骤包括被引入到缩聚反应器中的至少两个脱气机构以使得在反应器内表面之中穿行的缩聚流体当从缩聚反应器的第一端流动到第二段时，也顺序地流过两个各自的脱气机构，和其中该两个脱气机构分别位于缩聚反应器的第一段和第二段。在一个方面，酯化或缩聚反应器的第一段和第二段彼此保持在不同的压力下。在另一个实施方案中，该酯化或缩聚管式反应器包括顶段，中段，和底段，这些区段中的每一个包括至少一个排气机构。在特殊的方面，该缩聚反应器包括顶段，中段和底段，和其中在缩聚反应器中降低压力，该降低压力的步骤包括被引入到缩聚反应器中的至少三个脱气机构以使得在反应器的内表面之中穿行的缩聚流体当从缩聚反应器的第一端流动到第二段时，也顺序地流过三个各自的脱气机构，和其中三个脱气机构位于缩聚反应器的顶段，中段和底段。缩聚反应器的顶段、中段和底段能够彼此保持在不同的压力下。另一个设计考虑，正如所指出的那样，在管式反应器内包括多个弯管，它们能够协助从反应物和单体中除去蒸气。更具体地说，管式反应器包括设置在排气机构上游的第一弯管和设置在排气机构下游的第二管。

- 25 反应物加入到该管式反应器中

反应物的添加在上面是利用泵将流体反应物加入到管式反应器来实现。本部分讨论了将反应物加入到该管式反应器中的替代性方法，其中包括使用浆料罐，混合罐，供选择的进料系统，和再循环环路。

本领域中的技术人员会认识到，对于各方法，按照以下所讨论来添加反应物，该反应物可以处在标准转移条件下，或另外地和优选地，该反应物可以在进入反应器中之前进行预热，以使得不存在冷的、不良混合的区段。本领域中的技术人员还会认识到，在进口的上游或下

游位置添加冷的反应物到管式反应器中是有益的或必要的。

- 5 在一些实施方案中，用于加料到管式反应器中的额外反应物管线优选从顶部向下加入到反应器中，其中进入位置可以是这里所述的任何位置或由本领域中的技术人员来选择。这一反应物管线应该在该位置和反应物进料点处增加超过反应器内容物熔点的温度下的外套管。这一设计可防止反应物管线发生堵塞，当流动停止时和(1)控制阀没有密封和(2)止回阀没有完全地关闭；两者是现有技术的聚酯装置中的通常情况。

泵送流体反应物

- 10 正如以上更彻底地讨论的，更容易地将反应物作为液体(即 EG 和 DMT)来添加，因为这些反应物可以直接泵抽到管式反应器的进口中或在该进口上游的另一个位置泵入。该泵在靠近管式反应器的进口处在高于大气压力下排出反应物。这些反应物能够单独泵抽或预先混合和然后一起泵抽。

- 15 使用浆料罐注入固体材料

- 酯化反应器的主要目标是将反应器中的酸类完全反应或转化成单体和低聚物。为了达到这一目标，固体酸，如对苯二甲酸，必须保持在反应器中直到它溶解为止。浆料罐常常用于协助混合和共混，和 US 专利 No. 3, 644, 483 公开了该浆料添加的使用。如果希望有浆料罐，任何固体的浆料能够在有或者没有再循环环路情况下加入管式反应器的进口中或在沿着管式反应器通路的任何位置被加入，正如以下所述的。

混合和进料罐系统

- 25 参见图 15A，混合罐 41 填充了所要添加的液体。合适的液体将溶解所选择的固体或与之形成淤浆。合适的液体包括 EG，甲醇，CHDM 等。乙二醇将在本节中用作一个例子。EG 被加热或冷却到合适的温度，这取决于添加剂和 EG 添加温度，它是环境条件和预先处理的函数。热交换器 46，混合罐外夹套，或内部加热环管等用于通过使用温度控制器 45 来加热和冷却该混合物，当该混合物用泵 43(当使用混合罐夹套或内部加热环管时该泵是不需要的，但该泵可用于增强传热和传质)来再循环时。该热交换器典型地提供有蒸汽 47 和水 48，但是任何合适的加热和冷却介质或机构都能够使用。该添加剂借助于搅拌器 44，泵 43

或两者来添加，两者用于悬浮该固体物，直到它们溶解到 EG 中为止。在罐 42 中的液面高度经过监测来控制 EG 的添加并且指示何时该罐已空可以进行下一轮混合。混合物通过使用泵 43 从混合罐 41 泵抽到进料罐 51 中并穿过三向阀 60 或一对两向控制阀(未显示)。

- 5 进料罐 51 液面高度 49 通过从混合罐 41 中添加混合物来控制。当混合罐 41 空了时，进行下一轮混合，而在进料罐 51 中的剩余容积继续为该工艺进料。泵 52 和 53 为进料汇管 59 供料，将混合物供应给进料系统 57 和 58，控制添加剂流入工艺中。进料罐温度借助于温度控制器 54，通过使用蒸汽 55 和水 56 或任何合适的温度控制介质或机构来控制。
- 10 搅拌器 50 用于保持在进料罐中的均匀混合。

泵 52 和 53 可以经过安装后直接为聚合物管线供料，无需使用汇管 59。每根管线需要备用至少一个泵，视情况而定。

- 供选择的系统按照在图 15B 中所示，如下来进行。EG 被加入到无夹套的管 72 中，它在这一系统中用作罐。该管 72 垂直地安装在该装置中，在不用的空间中或附着于外壁上。该管 72 可具有水平组件以便
- 15 有利于安装或增加体积，但是这一安装不必具有用于已溶解固体的捕集器。在合适量的 EG 被加入到管 72 中之后，其由液面 75 监测，循环泵 74 被启动。混合系统温度借助于温度控制器 77，通过使用蒸汽 78 和水 76 或任何合适的温度控制介质或机构来控制，在此情况下使用有
- 20 夹套的管 73 来控制。添加剂被添加和泵 74 循环继续将固体悬浮于管 73 中，直到固体溶解为止。当固体溶解时，阀门 81 被切换，引导流向进料罐 82。

- 进料罐 82 应该具有合适的体积以使混合物得以形成和倾卸(dumped)并在第一混合物有差错时让第二混合物得以形成。在一个方面，罐 82 的进口刚刚高于底盖的焊线。进料罐 82 的溢流优选在罐盖焊线之间在罐长度的 95 % 的距离上。来自泵 74 的混合物经阀门 81 引入到进料罐 82 中和从罐 82 中溢流，经管 71 回到混合系统的管 72 中。混合物经由泵 74 流过混合系统和进料罐可为两系统提供混合和温度控制，使得在罐 82 中不需要温度控制，液面控制和混合(搅拌)。混合物
- 30 被加入到装置中，穿过汇管 59 和系统 57 和 58。在一个方面，不需要泵，因为该罐 82 在位于一定高度上，为添加剂系统提供排出压力。当混合物通过中间站 57 和 58(显示了两个站，但是能够使用一个到很多

个)消耗时,在管 72 中的液面会下降。当在管 72 中的液面是如此低,以致于泵 74 开始空化时,阀门 60 换向而引导来自管 73 中的液流回到管 72 中但不由罐 82。在这一时间中,在罐 82 中的液面开始降低。通过如上所述向管 72 中加入 EG,在混合系统中制备新的混合物。在罐 82 被清空前,该新混合物经过制造和通过阀门 60 进入罐 82 中。

混合罐的泵 74 位于建筑物的下层楼。混合罐管位于屋顶的外壁上(或内部,如果空间允许的话),其中有进料罐 82。离开循环泵 74 的管 73 可以带夹套以进行加热或冷却。管 72 的返回管也可带夹套,如果需要或希望的话。混合罐管 73 的顶部具有三通阀 60,引导至进料罐 82。该进料罐 82 具有溢流管线 71,回到该混合罐 72。该进料罐 82 在溢流阀和进料罐的底部之间具有足够的停留时间以便为装置进料,同时制备下一混合批料。因此,在下一批料被制备的同时,该三通阀 60 换向,以使流体不流过进料罐 82。这一构型免去全部搅拌器和在进料罐 82 中的液面控制。因为进料罐位于屋顶上,该添加剂流动压力是从高度差异产生的。流量是由在工作站 57 和 58 中的流量计和控制阀来控制的。这一构型也减少了在设备中所需要的空间。

对于通过 2 个进料站中的每一个消耗 100 lbs/hr 的典型系统,该管 72 能够是 72 英尺长度的 14-英寸规格 10 管。该泵能够是 50 加仑/每分钟和管 72 能够是 3 或 4 英寸直径。罐 82 在这种情况下容纳 75 ft³并具有 3.5 英尺直径和高度的大略尺寸。

本发明的所述流体混合和分配系统因此包括第一个细长和垂直地设置的流体贮存容器;与第一容器实现流体连通的第二个流体贮存和分配容器,第二个容器设置在比第一个容器更高的垂直高度上;与第一容器和第二容器实现流体连通的循环泵,该循环泵经过构造和排列之后让流体流过系统并将来自第一容器的流体再循环到第二个容器中和从第一个容器中再循环到第一个容器中;和分别与循环泵、第一容器和第二容器实现流体连通的控制阀。该控制阀经过构造和排列后有选择地从第一容器中引导流体进入第二容器中,和从第一容器中引导流体进入第一容器中。第二容器与装置工艺分配系统实现流体连通。由保持在第二容器中的流体所形成的静压头用于将流体从第二容器中通入到该装置工艺分配系统中。

因此,本发明的一个方面是第一容器进一步包括液面监测器,该

液面监测器经过构造和排列后可以通过检测在第一容器中预定液面来启动控制阀。在另一方面，这些容器中的两个或一个是绝热的。在附加的方面，第一容器是温度控制的；从第一容器中流出的流体可用于控制第二容器的温度。温度控制器进一步包括根据需要来选择性地将蒸汽和水加入到第一容器内的流体中以提高和降低其温度的设备。在另一个方面，第二容器进一步包括与控制阀实现流体连通的流体进口，使得流体通过进口和进入第二容器中，和流体出口在进口之上垂直地间隔并与第一容器实现流体连通，使得保留在第二容器中的任何多余流体从其溢流到第一容器中。在另一方面，流过该系统的流体被控制阀从第一容器中引导回到第一容器，直至在第一容器中的流体已经混合到预定标准为止，和其中混合流体流被控制阀有选择地从第一容器引导至第二容器中。

系统的另一个实例包括第一个流体贮存容器；第二个流体混合和贮存容器；与第一容器和第二容器实现流体连通的循环泵，该循环泵经过构造和排列之后让流体流过系统并从第一容器流到第二容器中；第二容器被设置在比第一容器和装置工艺分配系统两者更高的垂直高度上；和分别与循环泵、第一容器和第二容器实现流体连通的控制阀，该控制阀经过构造和排列后可以有选择地从第一容器中引导流体流回到第一容器中和从第一容器引导至第二容器中。第二容器与装置工艺分配系统实现流体连通，和由保留在第二容器中的流体形成的静压头被利用来让流体从第二容器中通入到该装置工艺分配系统中。

在流体混合和分配系统中混合和分配流体的方法包括将至少一种流体加入到第一细长和垂直设置的流体贮存容器中；将流体从第一容器中通入到第二细长和垂直设置的流体混合和贮存容器中，第二容器被设置在比第一容器和装置工艺分配系统两者更高的垂直高度上，其中循环泵与第一容器和第二容器实现流体连通，该循环泵经过构造和排列后可以使流体流过该系统；通过使用与循环泵实现流体连通的控制阀，第一容器和第二容器有选择地从第一容器中引导流体至第一容器和第二容器任一个中；和有选择地将流体从第二容器中通入到装置工艺分配系统中，第二容器产生了可用于将其中贮存的流体通入到装置工艺分配系统中的静压头。

该方法的附加方面包括将至少一种固体或第二种液体加入到在第

- 一容器内的至少一种流体中和在其中混合该混合物；将流体循环通过第一容器，直到其中的物料彼此混合为止；一旦其中的物料彼此混合之后将流体从第一容器中通入到第二容器中；控制该第一容器内的流体的温度；根据需要，通过有选择地将蒸汽和水加入以提高和降低其温度来控制第一容器内流体的温度；用液面监测器测量第一容器内的流体液面；该流体液面检测器通过检测在第一容器内的预定液面高度来启动控制阀；将来自第二容器中的任何溢流流体返回到第一容器中。

使用再循环加入反应物

- 10 本发明也任选包括将流过管式反应器的反应物和单体的一部分再循环的设备。正如所指出的那样，该酸浆料混合罐或混合罐能够用在酯交换管式反应器上的再循环或循环环路来代替。

- 在目前优选的实施方案中，该再循环设备包括具有流入液端和流出液端的再循环环路。该流入液在沿着酯化或缩聚工艺的任何位点上与管式反应器实现流体连通，该位点包括但不限于，靠近酯化反应器进口，靠近酯化反应器的出口，在酯化反应器的进口和出口之间的位点，靠近预聚物反应器的进口，靠近预聚物反应器的出口，在预聚物反应器的进口和出口之间的位点，靠近缩聚反应器的进口或出口，和在缩聚反应器的进口和出口之间的位点，而流出液端独立地在沿着酯化或缩聚工艺的任何位点上与管式反应器实现流体连通，该位点包括但不限于，靠近酯化反应器进口，靠近酯化反应器的出口，在酯化反应器的进口和出口之间的位点，靠近预聚物反应器的进口，靠近预聚物反应器的出口，在预聚物反应器的进口和出口之间的位点，靠近缩聚反应器的进口或出口，和在缩聚反应器的进口和出口之间的位点。
- 25 在一个方面，该流出液端与酯化管式反应器在靠近或邻近其进口，靠近或邻近其出口，或在酯化反应器的进口和出口之间的位点实现流体连通。在一个方面，来自再循环的该流出液在靠近酯化反应器的进口处被引入到酯化反应器中，在另一方面，该流出液在邻近反应器进口的地方与反应器实现流体连通，在另一个方面，流出液在反应器的进口和出口之间与反应器实现流体连通，在另一个方面，来自再循环的该流出液在酯化反应器的进口的上游被引导至酯化反应器中，在另一个方面，该流入液在酯化反应器的进口和出口之间与酯化反应器实现

流体连通，在另一个方面，该流入液在靠近反应器出口的地方与酯化反应器实现流体连通，在另一个方面，流入液与第二反应器实现流体连通，其中第二反应器是在酯化反应器的下游，在另一个方面，再循环的流入液与该缩聚反应器实现流体连通，在另一个方面，进入再循环的该流入液在靠近缩聚反应器的出口处与该缩聚反应器实现流体连通，在另一个方面，该再循环步骤通过使用具有流入液端和流出液端的再循环环路来进行，该流出液在靠近进口处与管式反应器实现流体连通，其中流过再循环环路的流体是各再循环流体，在另一方面，该流入液在管式反应器的进口和出口之间或靠近其出口的地方与管式反应器实现流体连通。在这一讨论中，流过再循环环路的反应物和单体和任何其它流体，如低聚物和聚合物被称作“再循环流体”。

按照在另一个实施方案中所述，单体能够从缩聚反应器中提供到再循环环路中，它在下面讨论。因此，在这一实施方案中，流入再循环环路中的流入液不来自(或不单独来自)该酯化管式反应器，但再循环环路的流出液被排入其中。

在本发明的某些实施方案中，它们示于图 13a 和 13b 中，该再循环环路 91 包括设置在它的流入液端 93 和流出液端 94 之中间以提高流过的再循环流体压力的再循环泵 92。该再循环泵 92 优选是在线离心泵，它设置在垂直高度低于流入液端的地方，以获得适当的净正吸入压头(“NPSH”)。这是因为该再循环流体，正如在下面有关蒸气除去设备所详细讨论的，处于或接近于大气压力和溶液沸点。其它泵也可以使用，但是基于泵抽特性，离心泵是想要的。

一旦该再循环流体穿过该流入液端和该再循环泵以提高该压力，希望在再循环泵的下游位置上至少暂时地降低再循环流体的压力。降低压力的优点是，其它物料，如一种或多种反应物能够吸入该再循环环路中。该压力优选通过使用压力降低装置，如喷射嘴 95(再循环流体的至少一部分流过它)来降低。该喷射嘴在它的喉处抽出了轻微的真空，或亚大气压力。本领域中的技术人员也会认识到，该喷射嘴 95 能够与虹吸管；排气管；文丘里喷嘴；喷嘴；和/或注射器或其它类似降压装置互换使用。

为了将反应物进料或供入再循环环路中，使用输送管道 96，它具有在邻近喷射嘴处与再循环管道实现流体连通的排料端。被进料的反

应物利用由喷射嘴形成的再循环流体的降低压力而被吸入再循环管道中。该输送管道也包括接收端，它与排料端相对。

在喷射嘴喉上的真空防止蒸气上升进入到固体中，该固体被移动到生产流水线中。该蒸气将在固体上冷凝和混合物将变粘和堵塞该系统。该喷射嘴膨胀区段具有强力混合作用并分离该反应物，如PTA，因此它不会在酯化管道中形成团块。固体反应物可能将气体随它吸入反应器中。该气体可通过在喷射嘴之后的另一个蒸汽分离系统被除去。另外地，输入到反应器系统中的液体进料能够加入到固体进料斗中。该液体置换气体，因此惰性气体不会进入喷射嘴中。

10 进料系统用于计量和有选择地进料该固体反应物或其它组分如改性剂，催化剂等进入该再循环环路中。进料系统的一个实例示于图13a和13b中。进料系统的第一组件是固体反应物贮存装置97，如料仓，集尘器，或袋滤捕尘室，它们用于贮备被加入到该再循环环路中的固体反应物。液体能够被加入到固体反应器和贮存装置中减少或除去被
15 固体所夹含的气体。如果使用集尘器，则在秤上的输运装置能够利用称重系统来计量加入固体，和输运容器用作库存设备。另外，该料仓能够用作称重系统和短期贮存库。如果固体原料从装置外输送，则不需要该输送系统。固体计量设备98，如回转式气塞，活塞和阀门(进料斗)，双联阀，斗式输送机，泄料桶等，位于固体反应物存储装置97
20 的底部以接收来自固体反应物存储装置97的反应物。进料系统的下一个组件是与固体计量装置98连通，和还与进料管道96和中间段96和98的接收端连通的减重进料器(或定体积给料器)99。因此，该反应物从固体反应物存储装置97输送到再循环环路中，到固体计量装置98中，进入减重进料器99中，然后通过进料管道96而在邻近喷射嘴95
25 的地方被吸入到再循环环路中或直接吸入该喷射嘴95中。减重进料器99还可以位于固体反应物存储装置97或位于被设置在97的上游的进料罐(未示出)(它为97供料)。也会认识到的是，固体化学组分在邻近压力降低装置如喷射嘴的地方的添加能够使固体化学组分直接加入到在给定的化学制造过程中的任何反应中。例如，在利用喷射嘴作为降
30 低再循环流体的压力的设备的那些实施方案中，在喷射嘴喉上的压力将防止蒸气上升进入被输入生产流水线中的固体中。在本发明以前，蒸气会在固体上冷凝和混合物将变得非常粘，因此导致整个系统的堵

塞。然而，根据本发明，喷射嘴膨胀或扩散段提供了非常强力的混合作用并维持了固体组分如对苯二甲酸的足够分离，因此它不会在各反应器区段中结块。为此目的，本领域中的技术人员会认识到，为了获得最好的结果，优选的是在该压力降低装置的扩散或膨胀段之内的任何位点，将固体组分直接加入到压力降低装置如喷射嘴中。

该进料系统能够进送一种以上的固体反应物。同样，多个进料系统能够并行操作或串联操作。在特定的实施方案中，该聚合物能够由多种固体制成而且它们能够各个地加入到其自身的串联或并联的压力降低装置中，或全部的聚合物固体能够计量加入到一个进料斗，再进入一个压力降低装置中。固体聚合物还可以一起计量，进入固体反应器而到达设备 97 中。这一系统使得不需要压缩机和输送系统，这归因于重力流动。

在一个方面，固体反应物存储装置能够在称重单元上以起减重进料器的作用。同样，如果不使用称重单元作为减重进料器，则可以使用带式进料器，进料斗称重秤，容积螺杆，质量流量进料斗，科里奥利 (coriolis) 流量计，进料斗或减重給料斗。

当加入到再循环环路中的反应物流入再循环环路的流出液中时，该反应物和其它再循环流体在邻近或靠近进口 100 处再进入该管式反应器 101 中。因此，在再循环环路中添加反应物，以便该反应物在进口附近开始并贯穿到出口，这一工艺发挥了将至少一种类型的反应物加入到管式反应器的进口中的功能，它是在本发明的工艺中的多个起始步骤中的一个。理想的是经由进料系统将固体反应物加入到再循环环路中，这样固体反应物被再循环流体 (尤其单体或低聚物) 所溶解，之后才流入再循环环路的流出液中。

也考虑将附加的流体反应物加入到再循环环路中。添加流体反应物以协助固体反应物在到达再循环环路的流出液端之前溶于再循环流体中，或为了方便，不需要在管式反应器的进口单独添加附加反应物。

该流体反应物优选被加入到在喷射嘴的上游 (在固体反应物的添加点之前) 的再循环环路中，虽然该流体反应物可以同样地在该喷射嘴的下游添加。也考虑通过再循环泵 92 密封将流体反应物加入到再循环环路中。反应物还可以在再循环泵 92 的上游添加。当固体反应物通过进料系统来添加和流体反应物也被加入到再循环环路中时，这些方法

可以在靠近管式反应器的进口(再循环环路的流出液被输入其中)处将至少两种类型的反应物加入到管式反应器中。

5 固体反应物材料的溶解能够通过提高温度和通过改变在再循环系统中聚酯单体与固体反应物的比例,改变进料摩尔比,和/或改变该系统的压力来增强。

作为特定的例子,经进料系统供入到再循环环路中的一种类型的反应物能够是PTA,它在室温下是固体。该再循环设计避免了浆料罐的使用和其固有的问题。该流体反应物能够是,例如,乙二醇。因此,如果EG和PTA是被添加进去以形成单体的唯一反应物,则流出液能够
10 直接加入到管式反应器的进口中,作为被加入到管式反应器中的反应物的唯一来源物。当然,这一设计的变化形式可以考虑,例如,除了靠近管式反应器的进口从再循环环路所添加的EG和PTA,将更多的EG反应物泵抽到管式反应器的进口中。在单独的方面,二醇,如EG,能够与PTA进料一起,经由再循环管道在再循环环路泵之前或之后或在
15 PTA进料管线之前或之后被进料到再循环管道中,或在压力降低装置的上游但邻近于压力降低装置。

在图13a中,示出了一个实施方案,其中来自酯化工艺的末端的流出液被T形管输出106,和流出液的一部分被送至再循环环路。在图13b中示出的单独实施方案中,该T形管106介于完全酯化工艺管道反
20 应器101和102之间,使得再循环环路的流入液不来自酯化工艺的末端,而是来自酯化工艺中的中间点。在图13a和13b中,该来自酯化工艺的最终流出液是在管线103中(在管线104中蒸气除去之后)。

在另一个实施方案中,再循环环路的流出液端位于管式反应器的进口的下游。当进入再循环环路的流入液中的单体或因为在进料站加
25 料的结果而形成的淤浆需要比如果流出液直接加入到管式反应器的进口中的情况更短的停留时间时,这一实施方案是优选的。

在各实施方案中,进入再循环环路中的流入液来自该酯化工艺或该缩聚工艺。具体地说,在各方面,进入再循环环路的流入液能够来自于酯化反应器之中间的点(如图13b中所示),酯化反应器的末端(如
30 图13a中所示),从预聚物反应器的出口出来的产物,从后缩聚反应器的出口出来的产物,或从酯化工艺的开始到来自缩聚工艺的出口的最终产物之间的任何点。因此,在各方面,该再循环流体包括反应物,

聚酯单体，聚酯低聚物，和/或聚酯聚合物，这取决于从再循环环路出来的流入液的起始处。该再循环系统不限于一个再循环环路的使用，而是可以另外包括串联、并联或两者相结合配置的两个或更多再循环环路。

- 5 对于再循环环路也可以考虑它包括以上对于管式反应器所讨论的其它特征，如再循环环路的加热设备和蒸气除去设备，它们可以是以上讨论的相同组件和装置并包括相同的特征和实施方案。如果单体是从邻近图 13a 中示出的管式反应器的出口处被排出，则蒸气除去设备不必加入到该再循环环路。另外，该液体高度被升高或降低，直到压
10 力接近大气压和蒸汽被除去到蒸馏系统中为止。

- 对于蒸气除去设备，具体地说，在再循环环路的一个实例中，该设计类似于以上对于在例如图 7a-g 中示出的管式反应器所描述的设计。同样，虽然不是要求的，但优选的是排气机构位于再循环环路的流入液端附近，使得在反应物的添加之前该蒸气被除去，和该设计示
15 于图 13a 和 13b 中，在图 13a 中的 104 处和在图 13b 中的 105 处。

- 值得注意的，虽然对于再循环环路来说有很多优点，这些优点对于本领域中的技术人员在参考以上讨论之后而变得显而易见，但是，对于落在本发明范围内的管式反应器来说没有必要包括再循环环路。作为替代，最初讨论的组件，如流体反应物的泵和固体反应物的浆料
20 混合罐都能够使用。然而，使用该再循环环路的这一实施方案使得设计者能够用泵和压力降低装置如喷射嘴来取代浆料混合罐，泵，仪表配置，搅拌器等。

- 本领域中的技术人员也会认识到，再循环环路对于注入固体反应物是最理想的，但是当添加仅仅流体反应物时则是不太理想的(例如从
25 DMT 和 EG 形成 PET 单体)。通过使用再循环环路来溶解固体反应物可以减少由系统中的固体引起的磨损。例如，固体 PTA 能够被再循环环路中的单体所溶解，而不是使用普通的浆料罐。在普通的浆料罐工艺中，固体 PTA 被加入到该工艺中并将研磨料组分保持在未溶解状态。事实上，仅仅处理流体反应物的管式反应器不会受益于因为包括再循
30 环环路而增添的复杂性。然而，该再循环环路能够增强该酯化工艺中的传热。

溢流堰

可以包括一种设备来控制酯化管式反应器的顶部的液面。在一个实施方案中，至少一种溢流堰附装于酯化管式反应器的内表面上和其中酯化流体在溢流堰上方流过。如图 4 中所述，所需要的控制设备是溢流堰 110。该溢流堰优选被设置在该管式反应器的出口附近。

5 该溢流堰具有被边缘圈定的主体部分。边缘的一部分被称作连接边缘和边缘的剩余部分是顶边缘。该连接边缘在尺寸上可以互补性地与管式反应器的内表面的一部分配合并连接于其上面。因此，因为在优选实施方案中该内表面具有圆形的横截面，该连接边缘也是圆形的，以便互补性接触和配合于该内表面。

10 仍然参见图 4，该反应物和/或单体被显示从位点 111 流出并在位点 112 上在溢流堰上方流过。该溢流堰用作反应物和/或单体的障碍，使得流体物料在溢流堰的顶部边缘上流过。因此，该溢流堰控制该液体深度，以及流体粘度，流速，和在溢流堰之前该管的长度。在溢流堰上方通过后，流体在 113 处从管式反应器的出口流出。该溢流堰，
15 如下所述，也可在其中或在底部具有开孔，以便提供流动均匀性和完全的排放。这将包括在溢流堰中顶部倾斜、V 形缺口的溢流堰，等等。该溢流堰优选与管式反应器的出口之间的距离是五到十倍管径。在一个方面，通过倾斜溢流堰的顶部，该溢流堰能够补偿或高或低的流动和粘度。

20 在供选择的实施方案中，液面能够通过本领域中已知的任何液面控制器来控制，例如，但不限于，控制阀，汽压升降器，液面装置如利用差压，辐射，超声波，电容，或观察镜的那些装置。液面装置的其它特定的例子能够见于 Perry's Chemical Engineer's Handbook，第七版，8-49 页，其在此引入供参考。

25 **添加剂**

 本发明的另一个任选的方面包括将一种或多种添加剂在管式反应器的进口和出口之间引入到管式反应器中的设备。此类添加剂是上面描述的并包括，但不限于：催化剂，着色剂，调色剂，颜料，炭黑，玻璃纤维，填料，耐冲击性改进剂，抗氧化剂，稳定剂，阻燃剂，再
30 加热助剂，乙醛减少化合物，氧清除化合物，UV 吸收化合物，阻隔性改进添加剂，如小片状颗粒，黑色氧化铁，共聚用单体，它们的混合物等中的一种或多种。添加剂能够是固体，液体，或气体。该添加剂

能够在进入系统之前被预热，包括相变，如加热 EG 液体到蒸气状态，以便为反应器提供热量。

在图 12a 和 12b 中示出的优选实施方案中，引入设备包括可密封的通道，由图 12a 和 12b 中的任何箭头表示，穿过该管式反应器使得在其外表面和其内表面之间有流体连通，以及用于将添加剂注入在管式反应器内流动的原料(即反应物和/或单体)中的注射器。该注射器能够包括泵或其它设备，如预加压的、提升的或重力驱动的注入，这些将添加剂注入到管式反应器的内部，它必须在可密封的通道位置上在比管式反应器内的物料的压力高的压力下进行。

术语“可密封的通道”是指包括任何开口，它允许从管式反应器的外部连通到它的内部。优选的是，“可密封的通道”能够闭合，使得当添加剂没有注入管式反应器中时，该反应物和/或单体不从管式反应器中渗漏出来。可密封的通道可以由堵头或类似物来“密封”，以及不允许从该管式反应器中渗漏的注射器。

该添加剂能够在沿着管式反应器的任何部分上的任何位点上被引入或注入，如图 12a 和 12b 中所示。合适添加位点的例子包括贯穿管式反应器的水平取向段的顶部、侧边或底部的一部分，各肘管的顶部、侧边或底部，而到达汽压升降器并在热交换器之前的可密封的通道。如图 12b 中所示，注入到该肘管是有利的，因为实现了添加剂的最大程度混合和快速引入到反应物和/或单体中，而不在管式反应器内部出现高浓度涡流。

注射设备的另一个方面是在注射器的排放口或出口处包括喷嘴。该喷嘴能够在可密封通道的位置上在管式反应器内导流。例如，该喷嘴能够并流，逆流，或垂直于该反应物和/或单体(它们在该位置上在管式反应器内流动)注射添加剂。

再回到酯化管式反应器的设计，管垂直高度，管径，管的总长度，和在进口和出口处的压力能够在很大程度上变化，这取决于所制造的产物，设备容量，和操作条件。本领域中的技术人员能够通过使用基本的工程设计原理来容易地确定这些参数。

缩聚步骤

对于在“缩聚步骤”这一节下面的以下讨论，除非特定地有相反指示，否则在下面这一节中讨论的本发明的工艺和装置同样地适用于

并能够用于酯化工艺和装置。

正如在以上“综述”段中所指出的，本发明的工艺的第二步骤是缩聚步骤，它在一个实施方案中在缩聚管式反应器中进行。该缩聚步骤包括让单体反应成低聚物然后反应成聚酯聚合物。该单体可以从酯化反应器的第一步提供，如以上讨论的，或从现有技术工艺提供。另外，如果在预聚物第一步中基本上形成低聚物，则低聚物直接反应形成聚合物。

在特定的实施方案中，当形成 PET 聚合物时，该 PET 单体被加入到缩聚管式反应器。PET 单体在缩聚管式反应器中反应形成 PET 低聚物，然后优选在同一缩聚管式反应器中进一步反应而形成 PET 聚合物。正如这里对于 PET 所使用的，单体具有低于 3 个链长度，低聚物具有约 7 到约 50 个链长度(具有 4-6 个单位的链长度的组分能够认为是单体或低聚物)，和聚合物具有大于约 50 个链长度。二聚物，例如，EG-TA-EG-TA-EG，具有 2 的链长度和三聚物具有 3 的链长度，等等。因此，本发明的缩合管式反应器能够同时代替预聚物反应器以及后缩聚反应器，如在现有技术中所使用的和如以上所定义的那些术语。

图 4 显示了在溢流堰上方穿过(用于液面控制)和进入本发明的第二步骤的缩聚反应器中的管式反应器的输出料。也参见图 4 和 6，本领域中的技术人员会认识到能够使用在酯化或酯交换反应器和缩聚反应器之间的压力限制设备(如，但不限于，阀门，孔板等)，但不是必要的。

在一个实施方案中，在酯化/酯交换反应器和该缩聚反应器之间使用汽压升降器。汽压升降器也能够有一些或全部的缩聚阶段之间使用。正如以上对于缩聚工艺的酯化过程所讨论的，热交换器能够靠近或邻近于汽压升降器或甚至在汽压升降器内设置，据此将热量转移到在酯化和缩聚之间或在缩聚阶段或区段之间的流体中。

汽压升降器的静态等同物是气压计。在反应器的两区段之间的压力差是用“U”形管内的流体来保持的。压力差将等于低压侧上流体高度乘以密度的乘积减去高压侧上流体高度乘以密度的乘积。本领域中的技术人员会认识到，如果高差不是足够的大，在区段之间的差压会将流体从汽压升降器中推挤出来而且两区段将确保平衡压力。这要求汽压升降器的高度在具有高的压差的区段之间是非常大的。另外，在

低压侧上汽压升降器的侧边通常在减压下沸腾，因此低压侧的密度将通过蒸气的空隙率来降低。

幸运地，汽压升降器是动态气压设备，因为流体流过汽压升降器。这一流体流具有相关的压降并能够用于增强低压侧的压降。通过添加
5 流路限制器，如孔板，阀门，或小直径管路，到汽压升降器的低压侧，能够提高每单位高度的低压侧的压降。如果在热量传递到汽压升降器中之前插入流动限制，则该流体不是两相的，并且密度将更大。使用这些方法提高低压汽压升降器的压降可降低该汽压升降器的总高度。

本发明包括提供具有第一端，第二端和确定内径的内表面的缩聚
10 反应器。第一端能够设置在垂直高度高于第二端之处，这样重力将单体和任何形成的低聚物和聚合物从第一端移动到第二端。

如图2中所示，该缩聚反应器能够在前平面视图上曲折(但是流动与酯化管式反应器相比是在相反方向上——即，流入液端在11处和流出液端在缩聚工艺的12处)。尽管如此，对于酯化管式反应器，除了该
15 曲折设计，其它形式，如前面对于酯化管式反应器所描述的设计，也可以考虑。也优选的是，包括多个肘管，每个肘管改变缩聚反应器内流体流动的方向。用于形成缩聚反应器的材料也与用于形成酯化管式反应器的那些相同。

因此，单体，优选是流体形式，被引导至缩聚反应器的第一端，
20 使得单体向下流过该缩聚反应器。单体在缩聚反应器内反应形成低聚物，然后形成最终聚合物，这样聚合物从其第二端离开。本领域中的技术人员会认识到，在本发明的范围内，不是所有的单体和/或低聚物必须反应。流过缩聚反应器的该单体，低聚物，和/或聚酯聚合物被称作缩聚流体。

也优选的是，缩聚反应器在第一端和第二端之间是非线性的，以
25 改进单体和所形成低聚物和聚合物的传质/混合。通常和如以上所讨论，该缩聚传质通过在低聚物(低分子量聚合物)的表面上的传质和从聚合物内散发的气体的发泡作用来实现。该气体是通过在壁面上加热和在聚合物内的反应放出的。随着流体落在在反应器的各区段中的任
30 选的溢流堰上，传质进一步增强。如果聚合物的物理参数允许的话，该反应器能够制造成没有缩聚反应器溢流堰。

该缩聚反应器能够作为多个邻接互联区段来形成，其中单体，低

聚物和/或聚物流过各区段的内表面，从缩聚反应器的第一端贯穿到第二端。反应器的相邻区段优选彼此形成非线性的角度。

该缩聚反应器优选与垂直取向平面形成一定角度；其中该角度大于零度。换句话说，各区段不平行于该垂直取向基准面，因此，不是垂直取向的。更具体地说，各区段与垂直取向平面形成的角度是在约1度(几乎垂直取向)和90度(水平取向)之间。优选的角度是从水平(90度)过渡到垂直的约26度之内；然而，本领域中技术人员会认识到，优选的角度是基于在缩聚反应器内的粘度和线速率(流动)。优选地，各区段能够具有不同的相互角度，优选初始段具有水平或近水平的角度，和随着缩聚反应的进行和流体粘度提高，该角度增大以提供增大的垂直倾斜，以利于流体被输送通过该缩聚管式反应器。

在一个方面，该缩聚反应在该顶端具有低倾斜(更水平)，因为流体具有低粘度，而底端具有高倾斜(更垂直)，因为流体具有高粘度。该斜率能够根据参数如流体的粘度和密度来变化，以实现最佳的效果。在另一个方面，在缩聚反应器的水平构型中不使用倾斜。

在一个方面，该缩聚反应器具有一般的水平取向，而不是垂直取向。这一水平取向能够包括一些垂直高度以使缩聚流体利用重力而向下流过该系统。在各方面，对于水平构型，该管式反应器能够具有至少10英尺，至少20英尺，至少30英尺，至少40英尺，至少50英尺，至少60英尺，至少100英尺，或至少200英尺的长度。在另一方面，该长度是10到500英尺，20到250英尺，50到200英尺，60到100英尺，或60到80英尺。长度上限仅仅由生产设备中可用的水平空间的实际量来限定。在一个实施方案中，使用至少约60英尺的管式反应器，因为标准最大长度商购管是大约60英尺。在此，管式反应器甚至可以是几百英尺长或更长。

在一个方面，缩聚管式反应器的内表面是在横截面上圆形，正方形或矩形的，优选圆形的，因此形成了内直径。

为了协助传质/混合，本发明进一步包括对流过缩聚反应器的低聚物和聚合物进行加热的设备。优选的加热设备与对于第一步骤的酯化管式反应器所讨论的相同，即，传热介质与缩聚反应器沿着在缩聚反应器的第一端和第二端之间的该缩聚反应器的至少一部分的外表面的一部分实现热连通，或具有带夹套或不带夹套的管的串联热交换器。

在优选的实施方案中，该传热介质与上述讨论的相同。在一个方面，热交换优选在缩聚区段之间使用。在特殊的实施方案中，换热器与汽压升降器一起使用，如通过在靠近于、邻近于或在用于分离各区段的汽压升降器之内提供换热器。

- 5 也类似于以上讨论的酯化管式反应器，在一个方面，本发明的缩聚反应器进一步包括至少一个附着于它的内表面上的溢流堰。缩聚流体在溢流堰上方流过。

该溢流堰用作单体/低聚物/聚合物的障碍，这样当从缩聚反应器的第一端流动到第二端时，它在溢流堰的顶部边缘上流动。该溢流堰能够是在酯化部分中所述的相同的溢流堰设计和/或构型。在一个方面，在缩聚反应器的各区段之间使用溢流堰，和在另一个方面，在缩聚反应器的一些区段中但不是在所有区段中使用溢流堰。

该溢流堰控制在反应器的各管液面中的液面。这些溢流堰能够简单到如半圆或包括增加的复杂性。在一个方面，通过倾斜溢流堰的顶部，该溢流堰能够补偿较高和较低的流量和粘度。在一个方面，缩聚管式反应器的设计允许有任何溢流堰设计的综合，以补偿这些因素。也考虑到在各溢流堰的主体部分中包括至少一个开口，这样单体/低聚物/聚物流过该开口，以及当流动时在溢流堰的顶部边缘上流过。在溢流堰中的这些开孔或孔可改进该流动和减少滞流区。在另一个实施方案中，溢流堰的主体部分的区段可以拆卸式地移走，以使流体穿过溢流堰的该区段而不是在溢流堰上方流过。例如，该区段可以是在溢流堰中的“V”形缺口或“V形槽”。在管的内部到管的中心，在各溢流堰的中间的“V形槽”进一步让反应器在停机时泄料。这些设计会增加流体当通过该溢流堰时的混合。

- 25 在各区段中的第一管能够是水平的并能够在没有溢流堰的情况下发挥作用，但是该溢流堰具有由表面积和停留时间两者提高系统效率的优点。另外，该缩聚管能够向下倾斜，尤其当流体的 IV 达到 0.5dl/g 或更大时。

类似于以上讨论的酯化管式反应器的本发明另一个方面是缩聚反应器优选也包括降低缩聚反应器中的蒸气压的设备，如与缩聚反应器的内表面实现流体连通的脱气机构。

类似地，用于该缩聚反应器中的脱气机构可以包括排放设备和/或

立管，类似于以上在酯化区段中所讨论的设计。值得注意的是，脱气立管的排气端优选与真空源实现流体连通，以使得在立管中和在缩聚反应器的内表面上存在亚大气压力。该真空源可以由真空泵，喷射嘴，喷射器，或现有技术中已知的类似设备来维持。在蒸气分离管线的每一个中的真空可用于控制缩聚反应器的各区段中的压力。

现在参见图 9，它显示了溢流堰/除气系统的一个实例，具体地说，通过使用供分离的液体用的任选的流动逆变系统，缩聚反应器也可包括紧接着在 T 形管 128 内部的溢流堰 124 的下游设置的渐缩管 123。在一个实施方案中，至少一种缩聚流体流过流动逆变器，其中流动逆变器靠近该溢流堰和在它的下游。渐缩管具有小于缩聚反应器内径的直径和渐缩管构成了两个互联区段的接合处的一部分，其中该互联区段由上游区段和下游区段形成。该渐缩管连接于上游区段和延伸到下游区段。渐缩管具有带孔的下端 127，当从上游区段贯穿到下游区段时，单体/低聚物/聚物流过该孔。渐缩管 127 的下端与下游区段的内表面有一定间距，当流体因重力而落入下游区段的内表面上时这会改进混合作用。事实上，更优选的是，渐缩管的下端与流过下游区段的单体/低聚物的顶部或上表面以一定距离间隔，使得流过渐缩管的流体溅落在单体/低聚物/聚合物的顶部或上表面上。

换句话说和仍然参见图 9，在一个实施方案中，内部和外部流路能够通过使用流动逆变器来混合。通过在进入下一肘管 125 之前降落在溢流堰 124 上和进入渐缩管 123，液体单体/低聚物/聚合物将从内到外被彻底混合，反之亦然。该液体在管中从左侧 120 流出和在溢流堰 124 上方流过，其控制该液体深度。蒸气连续从 T 形管 128 的右侧在 121 处逸出。脱气的液体流入同心的渐缩管 123。该同心渐缩管 123 穿过大直径管的管帽 126。该渐缩管在下一管路装置的液体池深度之上终止。该构型从顶管的壁抽液体并将该流体引入到下一个管的中间和在 122 处出来。图 9 仅仅是流动逆变器系统 142 的一个实例；现有技术中已知的其它流动逆变器也可以使用。在现有技术中使用的典型的流动逆变器能够见于，例如，Chemical Engineers' Handbook, Perry 和 Chilton 编辑，第六版，5-23 页。在酯化工艺中典型地不需要流动逆变器，因为气体倾向于混合该流体。然而，如果需要，流动逆变器可用于该酯化工艺。

例如图 8 的蒸汽分离系统能够在没有流动逆变器的情況下被使用。在这一方面，在一个实施方案中，图 8 的 T 形管 139 含有在图 9 中示出的溢流堰，但是区段 143 能够是直管和区段 140 是肘管，其中没有流动逆变器。因此，在该方面，图 8 和 18 的区段 142 不含有图 9 5 的流动逆变器系统。

参考示于图 2 中的缩聚反应器的实例，该缩聚反应器管提升段能够自顶到底连续倾斜。这一构型需要极其小心地计算以获得所希望液面需要的角度，因为严格地讲，液体粘度和管长度(反应沿着长度)将控该液面所需要的角度。通过为管道的各液面增加溢流堰，该溢流堰 10 能够校正正在计算中的误差。甚至对于溢流堰，该液体能够溢流和继续沿着缩聚管路的倾斜水平方向螺旋形来流动。然而，层流将维持在流路的外部上的相同液体和在流路的内部上的相同液体。

在本发明的缩聚管式反应器中，在缩聚管式反应器的各反应器区段或部分之间不需要泵。因此，本发明在一个方面可以不需要在区段 15 之间的附加泵。在一个方面，在反应器的缩聚区段中的低聚物和聚合物能够通过重力从一个部分流到下一部分，而且在反应器之间没有压力限制设备。汽压升降器优选被用于维持在下列所讨论的反应器之间的压差。

现在参见图 17a 和 17b，该缩聚反应器优选包括顶段 235，中段 20 236，和底段 237，和引入到缩聚反应器中的至少一个脱气机构。该脱气机构在一方面示于图 8 中和在图 18 中，作为系统 133。在该缩聚工艺中仅仅需要一个真空系统和仅仅一种真空压力。然而，对于仅仅一个真空系统，该蒸气速度可能是极高的，这会十分有害地将液体与该蒸气一起推入真空系统中。至少两种，和更优选三种程度的真空能够 25 用于最大程度地减少这一夹带。一个真空系统能够最终供应一种或多种所需真空压力。

如果使用仅仅一个喷雾系统，则要求最高压力区段的真空是用控制阀来控制。如果在反应器和控制阀之间没有喷雾冷凝器，这一阀门将会堵塞。当使用三种水平的真空时，其中主喷雾系统用于联合的两个 30 个低压真空系统和另一个喷雾装置用于高压真空系统，则该控制阀是在高真空喷雾系统之后。该阀门不会堵塞。一个真空组是足够的，但是两个喷雾系统是通常需要的。

参考图 17a 和 17b, 来自酯化反应器的流出液在 235 处进入缩聚反应器, 和来自缩聚工艺的最终产物在 239 处离开该系统。在缩聚反应器的内表面中穿行的流体也顺序地流过至少一个(一个是最少的, 但附加的脱气机构降低蒸气速度, 因此减少液体夹带到蒸气中)各自脱气机构, 当从缩聚反应器的第一端流到第二端时, 其中正如所显示的, 三个脱气机构位于该缩聚反应器的顶段、中段和底段中。该顶段, 中段, 和底段优选维持在彼此不同的压力下, 优选通过使用汽压升降器。优选, 对于 PET 生产, 在顶段中的压力是 40-120 毫米汞柱, 在中段中的压力是 2-25 毫米汞柱, 和在底段中的压力是 0.1-5 毫米汞柱。汽压升降器和真空源的一个实例公开于 US 专利 No 5,466,765 和 5,753,190 中, 它们以全部内容被引入本文中供参考。也优选的是, 三个脱气机构与一个排放系统实现流体连通。当该缩聚管式反应器处于亚大气压力下时, 该真空源能够是任何真空产生源, 如, 但不限于, 真空泵或喷射器。优选的脱气机构 133 以分解图示于图 8 中。在一个方面, 层流混合系统 142 能被使用和以分解图示于图 9 中。在缩聚反应器的不同区段中的垂直高度差异使得在缩聚反应器组中省去了全部的泵。该缩聚管式反应器实际上衰减进口扰动, 尽管省去了泵的使用。

另外地, 缩聚的各个阶段能够打破, 使得来自一个阶段的流出液(底部)被泵抽到下一阶段的流入液端(顶部)中。这使得总系统的高度降低, 因为各阶段在高度上小于整个重力式供给系统。因此, 不同的真空区段不需要以一个在下一个之下来结束。在一个方面, 在汽压升降器中控制的压力差能够用于将缩聚反应器的下一段升高到较高压力区段的出口之上。泵能够在缩聚真空压力区段之间增加, 这样全部的区段能够在同样高度开始。这降低了缩聚设备的总建筑高度。

参见图 18, 示出了缩聚反应器的单个区段。也就是说, 参见图 17a 和 17b, 图 18 代表了区段 P1, P2 或 P3 中的一个。另外地, 图 18 能够代表整个缩聚工艺。典型地, 区段 P1, P2 和 P3 中的每一个是处在不同的压力下, 以便优化在聚酯生产中的效率。或多或少的区段能被使用, 从 1 个到多个, 例如, 2, 3, 4, 5 个, 或更多的区段, 例如 3 个典型地用于 PET 或 PETG 生产。在图 18 中进入该区段的进口是在 147 处和该出口在 148 处。该缩聚流体流过该管式反应器, 从进口到出口进行反应, 在所示的一个实例中, 沿着线性和非线性的流路。蒸气在

133 处用与酯化工艺类似的管道布置从缩聚反应器中分离,如图 7 中所示,而且对于缩聚的一个实例特定地示于图 8(它们也在以上酯化管式反应器的讨论中谈到)中。图 8 显示了图 18 的区段 133 的放大图,其中液体和气体进入到分离系统 133 中。图 9 显示了图 8 和图 18 的区段 142 的放大图。图 18 显示了五个蒸气分离区段 133。然而,许多的蒸气分离区段 133 能够用于特殊的区段,从 1, 2, 3, 一直到有效地排放该系统所需要的数量。图 18 也显示了一个实例,其中使用了采用流动逆变器系统 142 的层流混合,它在图 9 中放大。另外,显示了排放系统的 90 度角度接着有两个 45 度角度的这些最佳角度。其它角度也可以使用。

在缩聚工艺中的蒸气或气体应该优选从该液体中分离。例如,在一个实施方案中,优选的是将 EG 副产物从缩聚反应中作为蒸气驱出,分离它,和从该系统中除去它。分离的程度能够通过例如增加平行管的数量来施加影响,这些管提高分离效果。

参见图 8 和 9,在缩聚反应器 138 的各提升段的末端,流体在 T 形管 139 内部在溢流堰 124 上方流动,其中升气器 143 引导液体流向地面到达肘管 140,然后在 141 处水平流动。在缩聚区段中的溢流堰(或流体粘度和管长度)保持液面 L 在大约该管道中的半长度。这最大程度地提高了表面积。一旦在反应器中的流体是如此厚,使得不需要溢流堰来维持液面,则维持该管道半长度无法最大程度地提高表面积或传质速率。T 形管的第二升气器 138 处于流动方向上。T 形管的第三升气器 144 是在水平面中指向远离该液体流的方向。在一个方面,蒸气和夹带液通过流过非线性的管而分离。在一个方面,该非线性的管是一种管,使得第三升气器 144 相对于该蒸气出口的角度不沿着线性路径延伸。该角度产生了对夹带液的冲击板。这一冲击板会引起夹带液从蒸气中分离并返回到液体系统中。参见图 7, 8 和 18, 示出了这一夹带液/蒸汽分离器的各种实例。在从 T 形管第三升气器起始的短的水平方向延伸之后,蒸气管线具有肘管 134, 优选 90° 肘管, 引导该蒸气离开地面。水平的区段 144 可使蒸气在缓慢的速率下流动和使液体被分离并流回到主料流中。在从蒸气肘管 134 开始的短的垂直段 145 之后, 优选的 45° 肘管 135(具有最大分离矢量的公共管组件)安装了蒸气管线, 优选在 45° 肘管 146 上, 它在 137 处再次呈现水平。弯管具有陡的

倾斜段以便提供对于该高粘度液体以非常短的停留时间被抽回到反应器中所需要的能量。该蒸气，不含液体，向上通入到弯管中。这一水平管 137 然后与其它蒸气管线相结合或被引导至冷凝器或真空系统。该蒸气经管线 137 离开和该液体进入到在管线 141 中的下一个液面。

- 5 陡的倾斜段是夹带液的冲击板。液体在溢流堰上方流动，降至下一个区段中。进一步缩聚可以在下一个管线 141 中进行。管的物理布局产生了所需的功能(流量，压力，等等)，而不需要任何内部零件(除溢流堰之外)或复杂的构型。

在 90°肘管 134 垂直地引导蒸气之后，离开 T 形管 36 的酯交换或
10 酯化蒸气管道能够与缩聚管道相同，并示于图 7g 中。如图 7g 中所示，液体从弯管中脱离，流回到液体池。如图 18 中所示，弯管 136 具有陡的倾斜段以便提供该高粘度液体以非常短的停留时间被驱回到反应器中所需要的能量。该蒸气，不含液体，向上通入到弯管中。气体沿着管上升并进入到蒸气处理设备中。

- 15 在缩聚区段之前的压降区段具有高的混合度。在反应器之间的压力释放区段具有高的混合作用并在这一反应器中可使用。

氮气或蒸气或气体能够吹过或吹入到一个或多个缩聚反应器区段的液体中。该氮气或蒸气或气体降低了二醇的分压，因此增大缩聚速率。

- 20 现在参见图 6，它本发明的另一实施方案，该酯化反应器被显示已分成多个平行管式反应器流动导管 165 和 166，进口是在 164 处。平行酯化反应器的出口将流向缩聚反应器。该缩聚反应器被显示在其第一和第二端之间已分成多个大体上平行流动导管 160，161，和 162。流过缩聚反应器的流体穿过多个流动导管中的一个，从第一端流动到
25 第二端。正如所示，流动导管的至少一个进一步包括与其实实现流体连通的注入管线 163，其中注入管线用于添加添加剂到流过它的单体中。所考虑的添加剂可以是以上列出的那些中的任何一种。

- 仍然参见图 6，本发明的缩聚反应器可用于从分割线(split line)制造多种产品。该反应器能够在许多位置上被分割，以便引入不同的
30 添加剂，反应物或产品属性(如特性粘度(IV))。例如，在图 6 中，在单个酯化区段 164(显示具有两个平行反应器 165 和 166)中制备一种单体或低聚物，并加入到两个不同的缩聚反应器 160 和 161 中，使得

形成两种不同的熔融相产物。该缩聚反应能够在条件，反应物，添加剂，尺寸，或这些特征或其它特征的结合上不同。正如所指出的那样，管线 163 是添加管线和该单体被显示为分割，以及在 163 处添加的附加反应物如 DEG 使得一个缩聚反应器可以在 162 制备不同的产物，如高级 DEG 产品。分割的数量不局限于两个；可以进行许多数量的分割。类似地，该装置能够以一些区段被清空和不操作来进行操作，使允许在多种容量下操作。

再回到缩聚管式反应器的设计，管垂直高度，管径，管的总长度，和在进口和出口处的压力能够在很大程度上变化，这取决于所制造的产物，设备容量，和操作条件。本领域中的技术人员能够通过使用基本的工程设计原理来容易地确定这些参数。管垂直高度典型地不是关键的，能够根据建筑物尺寸来定。

HTM 子环路

大多数聚酯装置具有很多的 HTM（传热介质，如油）子环路泵。这些泵使得可对各环路进行温度控制，其低于主要环路汇管温度。降低 HTM 温度会降低壁温，改进聚合物颜色，减少降解，和使得有更好的温度控制。

在本发明中，让汇管温度被反应器中的最热区段所控制，各区段的阀门能够省去这些泵。第二最热的区段由离开第一区段的 HTM 来加热。在两个区段之间，控制阀使得流向返回 HTM 汇管中，然后第二控制阀允许从供应 HTM 汇管流出。这提供了等效温度控制，它能够用子环路泵来获得。各连续的区段按照同样方式进行温度控制。所有这些都有可能，因为该管式反应器能够是带夹套的管，这样横跨该反应器的 HTM 的压降 (ΔP) 是低的。另一方面，对于惯用方法，CSTR 依赖于在反应器和夹套反应器中的环管，这引起了跨越该反应器的 HTM 的大 ΔP 。

参见图 14，在主要 HTM 汇管中的流速能够降低，HTM 的回返温度低于子环路受控系统。传热介质在汇管 173 中提供并返回到在汇管 174 中的炉或热源中。在汇管 173 和 174 之间施加差压，以便为流体流动提供驱动力。该供应汇管 173 压力必须也超过串联管路的全部区段的添加剂压降，并仍然超过在返回汇管 174 中的压力。返回汇管 174 必须为汇管系提供足够的净正吸入压头。传热介质 (HTM) 提供给区段

172, 通过温度或流量控制阀。离开区段 172 的 HTM 前行到区段 171。如果该流体太热或流量太高, 则 HTM 移动到汇管 174 中。如果该流体太冷, 则流体从汇管 173 添加。如果该流体需要比用阀门限定所获得的温度更高的温度, 则流体能够移动到汇管 174 中和用来自汇管 173 的流体置换。

所以在第一实施方案中, 传热介质控制系统包括: 第一传热介质汇管, 第一传热介质流穿过它; 第二传热介质汇管, 第二传热介质流穿过它; 第一传热介质子环路, 传热介质可以穿过它, 分别从第一汇管到第二汇管; 和与该汇管和第一子环路中所选择的一种实现流体连通的控制阀。第一传热介质流的压力大于第二传热介质流的压力, 和控制阀用于仅仅利用第一传热介质料流的压力有选择地引导第一传热介质流的至少一部分到第一子环路中, 以使传热介质穿过第一子环路, 以及控制所流过的传热介质流的温度和压力。系统的附加方面包括独立于第一子环路形成的和与其实实现流体连通的第二传热介质子环路; 和与第二子环路实现流体连通的第二控制阀。第二控制阀利用了第一传热介质流的压力有选择地引导至少一部分的第一传热介质流到第二子环路中, 以便控制所流过的传热介质的温度和压力。

在第二实施方案中, 传热介质控制系统包括: 第一传热介质汇管, 第一传热介质流穿过它; 第二传热介质汇管, 第二传热介质流穿过它; 第一传热介质子环路, 传热介质可以穿过它, 分别从第一汇管到第二汇管; 与第一汇管和第一子环路实现流体连通的第一控制阀; 和与第一子环路和第二汇管实现流体连通的第二控制阀。在第一汇管内的第一传热介质流的压力大于在第二汇管内的第二传热介质流的压力, 和控制阀的一个或两个用于利用第一传热介质料流的压力有选择地引导第一传热介质流的至少一部分到第一子环路中, 以使传热介质穿过第一子环路, 以及控制流过第一子环路的传热介质流的温度和压力。

本发明的第二实施方案的附加方面包括增加与第一子环路独立地形成的和与其实实现流体连通的第二传热介质子环路, 而第二控制阀与第二子环路实现流体连通, 其中第二控制阀用于利用第一传热介质料流的压力有选择地引导第一传热介质流的至少一部分到第二子环路中, 以便控制所流过的传热介质的温度和压力。第二控制阀用于降低流过第一子环路的传热介质的温度和压力。本发明的附加方面包括与

第二子环路实现流体连通的第三控制阀，其中第三控制阀利用第一传热介质流的压力有选择地引导至少一部分的第一传热介质流到第二子环路中，以便控制所流过的传热介质的温度和压力。

5 传热介质控制系统的另一个方面是，穿过第二子环路的传热介质的压力低于穿过第一子环路的传热介质的压力。另外，第二控制阀用于提高穿过第二子环路的传热介质的温度和压力。因此，在另一个方面，该系统包括从第一子环路到第二子环路实现密封式流体连通所延伸的导管，以使穿过第一子环路的传热介质再穿过第二子环路，该第二控制阀分别与第一和第二子环路中的每一个实现流体连通，和用于
10 控制从第一子环路进入第二子环路中的传热介质的温度和压力。第二控制阀也可用于降低从第一子环路进入第二子环路中的传热介质的温度和压力。

该系统的另一个方面包括一系列传热介质子环路，因此，各后续的子环路与紧接着在前面的子环路实现流体连通，以便接收传热介
15 质。这表现为穿过一系列传热介质子环路的传热介质的流体压力会在各后续子环路中降低(相对于紧接着在前面的子环路而言)的方面。同样，该系统的这一实例的方面是穿过一系列传热介质子环路的传热介质的温度将在各后续子环路中降低，相对于紧接着在前面的子环路而言。附加的方面是，一系列子环路的各自传热介质子环路具有与第一
20 汇管实现流体连通的第一控制阀和用于提高所穿过的传热介质的温度和压力的子环路，和与子环路实现流体连通的第二控制阀和用于降低所流过的传热介质的温度和压力的第二汇管。

传热介质控制系统的另一个方面是，传热介质穿过第一汇管而在没有传热介质循环泵存在下进入和穿过第一子环路，以及传热介质在
25 没有传热介质循环泵存在下从第一子环路穿行到第二汇管中。类似地，这一实施方案的附加方面是，分别地，在没有传热介质循环泵存在的情况下，传热介质从第一汇管进入和穿过第一子环路，并从第一子环路穿行到第二汇管中。

让传热介质穿过传热介质系统的方法包括：让第一传热介质流穿
30 过第一传热介质汇管；让第二传热介质流穿过第二传热介质汇管；让传热介质在没有传热介质循环泵存在下从第一汇管穿过第一传热介质子环路，借助于与第一汇管和第一子环路实现流体连通的第一控制

阀；和在没有传热介质循环泵存在下让传热介质从第一子环路穿行到第二汇管中，借助于与第一子环路和第二汇管实现流体连通的第二控制阀。缩聚流体在没有泵存在下从管式反应器的第一端移动到它的第二端。

5 设备的小型化

如果需要，液体原料进料罐的使用可以从该聚酯工艺中省去。正如已知的，原材料可利用许多已知类型的输送工具被输送到工艺装置中，该工具包括管道，铁路车皮，或牵引槽车。本发明中，所输送的原材料现在可以直接从输送工具泵抽到装置中。这一工艺的基础是系
10 的 NPSH 曲线。正如已知的，和例如当牵引槽车输送所使用的流体时，该净正吸入压头 (NPSH) 是在牵引槽车内的液面和流入泵中的流体的压降的函数。压降是流体速度，流体粘度和所使用的管道构型的函数。比较起来，供应罐的排出压力是液体高度和密度的函数。该系统的管道构型将在两种情况下是恒定的。随着环境温度变化而发生的液体密
15 度和粘度变化应该是小的，但是如果密度和粘度变化是大的，则它们能够按已知方式从科里奥利质量流量计获得。

因此，如果从流量计获知了质量流速，则已知结构的工艺控制计算机(未加说明)能够采用这一输入数据，以及所需要的任何附加输入数据，正如以上所讨论，并且能够通过使用进口泵压力来计算槽车内的
20 的流体质量。该进口泵压力和流量用于连续地测定在槽车内流体的质量。在功能检验期间，压力和流量数据与槽车内液面的关系经过建立后可校正正在计算机评价中的任何不足。

现在参考在图 21 中所说明的流体输送系统来描述操作工艺。第一槽车 265 停在泵站“P”处。通过分别开通一系列的阀门
25 251, 252, 253, 257, 261 和 276，该槽车被连通并经由阀门连通于泵 263。同时，分别关闭第二系列的阀门 258, 259, 272, 274 和 275。启动泵 263，通过返回到槽车 265 中来初始化(primed)。一旦自动阀 272 打开，系统已为装置运转作好准备。第二槽车 266 也停在该泵站，并且通过开通一系列的阀门 254, 255, 256, 260, 262 和 273 来连通并经由
30 阀门连通于第二泵 264。同时，关闭阀门 258, 259, 271, 274 和 275。启动该泵 264，通过返回到槽车 266 中来初始化。该泵 264 系统已为装置运转作好准备，但保持在备用方式。

阀门 272 打开, 装置启动。当槽车 265 中的液面被测得在一定液面, 如它的全部液面高度的 10 %, 则阀门 272 被关闭和 271 同时开通以便不间断地为装置供应流体。现在泵 263 再循环回到槽车 265, 泵 264 从槽车 266 中供应该装置。该装置继续运行而消耗来自槽车 266 5 的流体, 直到其中的液面被测量处于一定液面, 例如全部液面高度的 85% 为止。一旦这一情况发生, 计算机打开该阀门 275 和关闭阀门 276。该泵将槽车 265 内的剩余流体系入到槽车 266 中。该泵 263 在低瓦特数下自动停止。该过程控制计算机然后关闭该阀门 275。

第一槽车 265 从该泵站离开, 装满了所需工艺流体的另一个槽车 10 265 停在该泵站。由泵 263 从槽车 265 中初始化, 来重复这一过程。然后, 一旦槽车 266 内的液面被测量处于一定液面, 例如全部液面高度的 10 %, 则关闭阀门 271 和开通 272。使用在槽车 265 内的液面, 一直到该液面被测量在一定液面例如全部液面高度的 85 % 为止, 因此, 槽车 266 内的剩余流体系抽到槽车 265 中。该槽车 266 然后从泵 15 站离开, 另一个全载槽车 266 停在该最初槽车的位置。泵 264 从新槽车 266 进料和初始化, 以这种方式继续该工艺。

所述液体输送系统的第一实例因此包括位于泵站的至少一个配送容器, 和与至少一个配送容器实现流体连通的至少一个泵, 该至少一个配送容器与阀门组实现流体连通, 该阀门组与工艺装置管路系统实现流体连通。该流体有选择地直接从至少一个配送容器中泵抽而通过 20 阀门组并在另外接收和贮存来自至少一个配送容器的流体的流体配送进料和贮存罐不存在的情况下输入到工艺装置管路系统中。另外, 该系统包括位于泵站的第二配送容器和与第二配送容器实现流体连通的第二泵, 这些配送容器和泵中的每一个分别与该阀门组实现流体连 25 通。该阀门组由多个可选择操作的控制阀组成并与工艺装置管路系统实现流体连通, 使得在流体输送进料和贮存罐不存在的情况下, 流体有选择地直接分别从第一和第二配送容器中泵抽而通过阀门组和进入到工艺装置管路系统中。

该系统的附加方面包括过程控制计算机, 该过程控制计算机以可 30 操作方式分别联接于第一和第二泵, 和联接于该阀门组内的至少一个控制阀; 质量流量计分别与第一和第二配送容器中每一个实现流体连通, 并且以可操作方式联接于该过程控制计算机; 质量流量计经过构

造和排列后可测量和传输从任何一个配送容器泵抽的流体的流体质量流速到过程控制计算机中；该过程控制计算机通过使用流体质量流速和所测量的进口泵压力来计算在所选择的一个配送容器内的流体质量。另外，该过程控制计算机使用该进口泵压力和流体流动流率来连续地测定在所选择的一个配送容器内该流体的质量。

过程控制计算机开通第一自动控制阀和启动该工艺装置的操作；并且，一旦在第一配送容器内的液面由过程控制计算机测定处于第一预定的液面，就关闭第一自动控制阀。附加的方面是，第二自动控制阀同时被过程控制计算机开通，使得第一泵将流体从第一配送容器中再循环回到第一配送容器中，和第二泵从第二配送容器中供应流体到该工艺装置中。之后该装置从第二配送容器中提供工艺流体，直至其中的液面被过程控制计算机测定处于第二预定的流体液面为止。其后，该过程控制计算机开通第一控制阀和关闭第二控制阀，使得在第一配送容器内的剩余流体被泵抽到第二配送容器中。一旦该过程控制计算机关闭第一控制阀，第一配送容器可以用处于泵站的它的位置上的新鲜配送容器所代替。本发明的附加方面包括：该过程控制计算机再开通第二控制阀和关闭第一控制阀，使得该装置从第二配送容器中提供工艺流体。

本发明的所述方法因此包括在泵站处放置第一配送容器，该第一配送容器与第一泵实现流体连通，在泵站处放置第二配送容器，该第二配送容器与第二泵实现流体连通，和有选择地直接从各配送容器的每一个中泵抽流体到该阀门组中和进入该工艺装置管路系统中。这一方法包括以下各个方面，以可操作方式将过程控制计算机分别联接于第一和第二泵中，和联接于该阀门组内的至少一个控制阀，和通过使用分别与第一和第二配送容器中每一个实现流体连通的质量流量计，和以可操作方式联接于过程控制计算机，测量从其分别流过第一和第二泵的流体流量。该过程控制计算机通过使用流体质量流速和所测量的进口泵压力来计算在所选择的一个配送容器内的流体质量，以及使用该进口泵压力和该流体流速连续地测定在所选择的一个配送容器内流体的质量。该过程控制计算机响应于测定在所选择的一个配送容器内该流体的质量，来开通第一自动控制阀和启动该工艺装置的操作。

该方法的附加方面也包括：一旦在第一配送容器内的流体液面由过程控制计算机测得处于第一预定流体液面，该过程控制计算机关闭第一自动控制阀，使得第一泵将流体再循环回到第一配送容器，和同时开通第二自动控制阀，使得第二泵从第二配送容器中供应流体到该工艺装置中；从第二配送容器中为工艺装置提供工艺流体，直到其中的流体液面由过程控制计算机测得处于第二预定流体液面为止；过程控制计算机开通第一控制阀和关闭第二控制阀，使得在第一配送容器内的剩余流体被泵抽到第二配送容器；过程控制计算机关闭第一控制阀和在泵站用新鲜的配送容器代替第一配送容器；然后将剩余的流体从第一配送容器转移到第二配送容器中，之后，在取代第一液体配送容器的同时，继续从第二配送容器中为工艺装置提供工艺流体。

正如已知的，在典型的聚酯处理设备中存在三种不同的蒸馏塔：水塔，抽提塔，和 MGM 塔（混合二醇和单体塔或乙二醇凝析塔）。来自酯化反应器的蒸气被送至该水塔。在其中，水与乙二醇分离。低沸点物（包括水）在塔的顶部被除去并送至抽提塔，而乙二醇和其它高沸点化合物在塔的底部被除去并能够送回到浆料罐，反应器，送往其它用户，和正如这里所述，回到该再循环环路。

该抽提塔在抽提塔的顶部分离出二噁烷（paradiouane），它不能送至废水处理设施中，并将二噁烷与水的共沸物相合并，然后与其它低沸点组分一起送回炉中或送回氧化器中。来自抽提塔的底部的流体被送回到废水处理设施中。在本发明的一个实施方案中，该水塔可通过将低沸点组分送至炉中而不是送至抽提塔中来维持，并且该抽提塔能够省去。在这一情况下，该水塔可以排放到炉中而不是将低沸点组分送至抽提塔中。该 MGM 塔也排放到该炉中。

同样已知的是，在普通的聚酯处理设备中，需要废水处理设施来处理有机废物以及从该工艺产生的水力负载（水流）。在本发明的一个方面，如上面描述的，该有机废物被排放到炉中，在其中将它燃烧掉。在本发明的一个单独方面，和正如这里所详细地讨论的，通过从聚酯形成工艺中省去许多单元操作和整合该装置，因此产生更紧凑型装置，使得能够在整个工艺装置上方布置屋顶，因此不需要将水力负载送至废水处理设施，因为雨水不再接触该加工设备，和/或任何泄漏工艺流体。因此，在本发明的另一个方面，通过将有机物废料送至炉中

所实现的有机物废料的除去，通过减少设备尺寸连同在设备上布置屋顶对该装置进行整合所实现的水力负载或废水的消除，使得不再需要另外为聚酯加工装置所用的废水处理设施。

5 从装置中散发到环境的量能够通过将全部的工艺(即，蒸馏塔，洗涤器，吸附器，真空泵，等等)和罐排放物排放到增压排放汇管中来减少。该排放汇管流向该 HTM 炉和被焚化。因此，如果所有这类排放物都连接到这一汇管中，来自装置的没有氧化的散发物将减少 99%以上(典型地氧化散发物是二氧化碳和水)。另外，这一工艺使得不需要抽提塔。

10 本发明的另一个特征是，通过增加各蒸馏塔的基本部分的体积超过在普通工艺中使用的基本体积，供往返于蒸馏塔的产物所用的罐能够被省去。这将减少流体容纳区域的量和降低与任何此类贮罐相关的全部成本。通过增加基本部分的高度或直径能够增大蒸馏塔体积。在塔上不需要附加的仪器。在本发明的一个方面，水塔的基本部分在直径和高度上比普通的水塔大了至少 40%。在这一方面，总高度提高了约
15 至少 3%。在另一个方面，该基本部分在直径或高度上增加了至少 50%。

该废水处理设施能够通过该装置的整合而省去，正如以上所讨论的。这通过除去环境散发物和通过省去贮罐而成为可能，如前面所讨论的。而且，该装置可在全部工艺厂房，槽车泵/卸载站，HTM 炉，和/
20 或该装置具有潜在 COD 的任何其它区域之上建造屋顶。来自制粒机和冷却塔的废水与全部其它废液分开并流向装置排泄口。全部雨水，包括来自全部上述屋顶区域的水，也走向该装置排泄口。沟渠，优选夹壁的，在工艺装置和 HTM 炉之间建造。其优选是被覆盖的沟渠。全部剩余受污染的废水进入该沟渠。在沟渠内的全部所收集的废水将从沟
25 渠泵抽到 HTM 炉中，在其中该废水被燃烧。如果全部其它水源加以限制，该热负荷费用可通过废水处理厂的投资费用和操作费用的减少来抵消。

同样，如果该装置布局是适当地计划设计的，对于熔融相设备需要仅仅一个用于粒料或切片的输送系统。最终反应器出口足够高，以
30 便切粒机能够制造粒料，该粒料将利用重力而降落在切粒机下面的分析仓中。在另一个实例中，该分析仓可以省去。粒料被输送到掺混料仓的顶部，和掺混料仓的底部也位于包装仓之上。包装仓的底部位置

和高度足够高，以使包装仓的内容物由重力供应到海洋货舱，卡车，或铁路车厢中。通过从料仓中直接为包装设备供料，也能够省去该包装仓。包装散装(bulk)袋，盒子，桶和大袋的装置在包装仓之下并与它足够近，以使它们也能够由重力来填充。输送系统的减少会降低设备、设施成本，并改进产品质量，省去了为粒料的熔化和成条所用的机构。

在本发明的另一个方面，在装置中的水系统能够通过将安全淋浴塔，冷却塔，切粒机水和 HTM 泵冷却器相结合来小型化。

典型地，该装置安全淋浴系统是自容纳式系统。它具有从城市供水系统供应水的液面控制系统。它还具有增压系统和后备加压气体，当出现动力故障时用。冷却塔具有用于维持其中的水位(因为蒸发而损失水)的供水系统，和吹洗(吹扫冲洗)系统以防止高沸点组分发生浓缩或沉淀。该冷却塔系统具有化学品添加系统，后者保持水的 pH，硬度，生物生长等处于目标额度。切粒机水系统将水供应给切粒机(造粒)，并需要补给水，因为当接触热聚物线条时水会蒸发。通常这一系统不具有吹扫系统，杂质通常保留在粒料上，虽然这能够引起问题。该切粒机也具有化学品添加系统。该 HTM 泵具有冷却器，后者具有高的压降。标准的冷却塔汇管无法提供足够的压力通过 HTM 泵上的高压降冷却器。

为了克服这些问题典型地有四种选择：

- 1.) 使用供应水作为一次通过性冷却；
 - 2.) 投入增加的资金和泵送费用来提高冷却塔汇水管的压力；
 - 3.) 建造单独的高压冷却塔汇管，导致增大的资金和泵送费用；
- 和
- 4.) 为泵购买低压降冷却器，导致增加资本成本和没有(voiding)被担保人(warranty)。

这些系统的整合能够减少资金和生产费用。通过 HTM 系统的整合和全部子环路泵的省去，只有主环路 HTM 泵得以保留。这些 HTM 泵所需要的冷却水流量稍微低于所需要的冷却塔补给水(太多的水是可接受的)。该切粒机水系统具有较高的水压以供应给切粒机，它的压力也足够高以便为 HTM 泵冷却器所使用。然而，在穿过 HTM 泵之后，水不应该回到切粒机系统，因为 HTM 漏出物会污染产物。因此，来自 HTM

泵的水应该进入到该冷却塔中。如果冷却塔化学品被加入到切粒机水系统中，它将保护该切粒机水系统和省去了化学品添加系统中的一个，而仍然经由这一净化将化学品供应到冷却塔。在切粒机水系统上的净化是无害的并且是有益的。从切粒机水系统中泵抽水使之穿过 HTM 泵冷却器和然后穿过冷却塔省去了为 HTM 泵所需要的附加的冷却系统，可以省去化学处理系统，并且为全部三种用途提供所需要的水。仍然需要将水供应到切粒机水系统和安全淋浴系统中。

该安全淋浴系统需要每星期吹扫冲洗以防止水积滞。更经常的冲洗是有益的，而且自动冲洗净化将降低成本。如果该安全淋浴罐被升高，则增压和备用增压系统因此是不需要的。如果水进入安全淋浴罐中和从该罐的顶部溢出，则该罐可以完全充满而不需要液面系统。如果切粒机水系统的液位控制阀处于供应安全淋浴罐的管线之中，和安全淋浴罐溢出到切粒机水罐中，则安全淋浴器连续地用在切粒机水系统和冷却塔水系统两者的补给(make-up)速率下流动的水来冲洗。这一布局将从安全淋浴系统中省去全部劳动和仪器。

解决上述问题和满足装置操作者需要的本发明的新型整合装置水分分配系统示于图 22 中。现在参见图 22，安全喷淋水储罐 290 从合适的水源“W”如装置外城市供水(未示出)供应清洁的新鲜水。该安全淋浴水罐供应任何所需要的水到该装置安全淋浴器和 eyebaths(未示出)中，以及通过第一管道 291 将水供应到作为单独切粒机/制粒机水罐 294 的一部分所提供的过滤和水贮存罐组件 294 中。一旦被引入该水分分配环路中，水通入和穿过该过滤和水贮存罐组件 294。由此处，过滤和冷的水利用合适的泵 295 穿过制粒机水分分配环路，然后在穿过泵之后穿过下游热交换器 296 来冷却水。过滤器 298 位于泵下游的制粒机水分分配环路中以除去所夹含的任何污物和/或小颗粒物。下游的化学品添加站 299 作为制粒机水分分配环路的一部分而提供，以便保持在制粒机水分分配环路中的水处于所控制的有机物增长，水硬度，水溶性和腐蚀性指标之内，该指标是该工艺进行所需要的，并且是供应到该系统中的水的地点和水特性决定的。制粒机水分分配环路的最后组件是切粒机/制粒机站 300，它们的功能描述如下。

来自该装置的熔融聚合物经由聚合物供应管线 316 供应到在切粒机/制粒机站 300 处的聚合物挤出模头 317 中，该模头按已知方式挤出

多根的熔融聚合物线条 318。熔融聚合物线条利用通过制粒机水分配环路所供应的冷过滤水在切粒机/制粒机站 300 中冷却，以便将该熔融聚合物线条制粒和/或切粒。其后，现在已加热的和“肮脏的”水与补给水(补偿在切粒机/制粒机站中因蒸发所引起的水损失)一起通入到过滤和水贮存罐组件中而进行冷却，该补给水也用于冲洗泵 303，其从该安全喷淋水储罐中添加。通入到过滤和水贮存罐组件中的水然后回到该制粒机水分配环路中，如以上所述，以供再使用。

单独的水管线 302 从制粒机水分配环路中供应，和延伸到下游泵 303 中，用于将水通入到冷却塔 304 中。该冷却塔装有液位控制器 306，用于维持在作为冷却塔组件的一部分所形成的水收集盆 307 中容纳的水的液位。液位控制器 306 具有最小流量设定，以确保令人满意用量的水总是满足于泵 303 的最低要求冷却流量。该冷却塔冷却所通过的水，该水从水收集盆中通过冷却塔水供应环路 308。

穿过冷却塔供水环路的水的预定用途包括任何所需数量的下游冷水用户 311，这些用户将现在的“废”水送回到该冷却塔供水环路。下游未使用的任何水回到和穿过水冷却塔，根据为了补偿在该收集盆/储罐 307 内损失水的需要，该液位控制阀 306 从制粒机水分配环路中抽水。

从下游用户回到冷却塔供水环路中的废水再回到和穿过该冷却塔 304，并在其中蒸发。水的蒸发因此浓缩了在穿过冷却塔供水环路的水流中的固体和/或污染物，因此，根据需要，用控制器 314 将水经由水冲洗管线 312 从环路中冲出而进入水排泄口(未示出)。泵 310 提供了用于将冷却水通入到任何和全部水用户那里所需要的力。

提供给安全喷淋水储罐 290 中的水通过水位控制器 315 来控制，该设备保持罐 290 内的水位在合适的水位。来自安全喷淋水储罐的过剩水将穿过水管线 291 和进入到制粒机水分配环路 292 的过滤和水贮存罐组件 294 中，在其中如上所述来处理水。提供给制粒机水分配环路 292 和冷却塔水环路 308 中的全部水是从合适的供水源提供的，如上所述。这包括加入到各系统中的全部水，用于补偿下游用户 311 损失的全部水和在切粒机/制粒机站 300 中以及在冷却塔 304 中的水蒸发。

因此，本发明的整合装置水分配系统包括，在第一实施方案中，

与水源实现流体连通和从该水源供应水的安全喷淋水储罐，与安全喷淋水储罐实现流体连通并从中供应水的第一水分配环路，与第一水分配环路实现流体连通的第二水分配环路，和控制阀，后者有选择地从第一水分配环路中抽吸水而将水供应到第二水分配环路中。这一系统的各个方面包括与单独的安全淋浴和 eye wash 系统实现流体连通的安全喷淋水储罐；以密封式流体连通方式从安全喷淋水储罐延伸到第一水分配环路的水管道，当水从它溢流和通入到第一水环路中时，其中第一水分配环路从安全喷淋水储罐中供应水。第一水分配环路包括：制粒机水环路，它经过建造和排列后将水供应到用于将熔化塑料聚合物造粒的造粒站中；过滤和水贮罐；泵，它经过构建和排列后可将水从水贮罐中泵抽出来并通过第一水分配环路；热交换器；过滤器；和化学品添加站。该热交换器位于泵的下游，该过滤器位于热交换器的下游，该化学品添加站位于过滤器的下游，造粒站位于化学品添加站的下游，和过滤和水贮罐位于造粒站的下游。

整合装置水分配系统的附加方面包括与过滤和水贮罐实现流体连通的水位控制器，和介于水位控制器和安全喷淋水储罐之中间并与每一个实现流体连通的控制阀。该水位控制器经过构建和排列后能够有选择地直接从水源添加补给水到过滤和水贮罐中。该水位控制器也经过构建和排列后能够有选择地控制水供应到该安全喷淋水储罐中以维持其中的水位在预定的水位。

第二水分配环路包括带有冷却塔的冷却塔水环路，经过构建和排列后将水从冷却塔泵抽出来通过第二水分配环路的泵，和至少一个冷却塔水用户。该冷却塔进一步包括作为其一部分形成的用于收集所流过的水的水收集盆。冷却塔水环路的泵位于水收集盆的下游，和至少一个冷却塔水用户位于泵的下游和冷却塔的上游。第二水分配环路进一步包括与其实实现流体连通的冲洗管线，和与冲洗管线实现流体连通的以便有选择地从第二水分配环路中排出水的控制阀。第二水管道以密封式流体连通方式从第一水分配环路延伸到第二水分配环路中以便为其提供水。

用于有选择地从第一水分配环路中抽吸水到第二水分配环路中的设备的一个方面包括与第二水管道实现流体连通的第二泵，用于从第一水分配环路中抽吸水到第二水分配环路中。有选择地抽吸水的设备

的附加方面是，与冷却塔水收集盆实现流体连通的水位控制器，和介于第二个泵和冷却塔水收集盆之中间和与它们每一个实现流体连通的控制阀。用于冷却塔盆的该水位控制器经过构建和排列后能够有选择地从第二水管道中添加补给水到冷却塔水收集盆中，和也经过构建和排列之后能够确定最低水流量设定值，以确保令人满意用量的水总是满足第二泵的最低需要冷却流量。

本发明的另一个方面因此是将水分配通过整合装置水分配系统的方法，该方法的各个方面包括将水供应到安全喷淋水储罐中，让水从安全喷淋水储罐中通入到第一水分配环路中，和有选择地将水从第一水分配环路通入到第二水分配环路中。该方法体现特征于以下各个方面：有选择地直接从水源将水加入到第一水分配环路中；让第一水分配环路中的水通过熔化聚合物造粒站；让第二水分配环路中的水通过水冷却塔；有选择地将水从第二水分配环路中通入到与第二环路实现密封式流体连通的水冲洗管线中；有选择地将水从第一水分配环路通入到构成第二水分配环路的一部分的冷却塔水收集盆中。

所述工艺/工艺装置所使用的整合真空系统的优选实例示于图 23 中。通过使用所述的整合的真空系统，EG 喷射器的数量可以减少，冷却水系统能够小型化，如果在一些情况下无法省去的话，以及为了在最后的缩聚反应器中获得两个阶段的真空所需要的组件的数量也可减少。

正如分别在图 17a 和 17b 中所说明的，缩聚通常地具有三阶段的真空。在这里，本发明的独特设计整合了这最后两个阶段的真空，该中压和低压真空阶段。该第三真空阶段不能被整合，因为在这一阶段中的压力太高和另外无法让 EG 蒸气喷射器具有为操作所需要的适宜差压。在蒸气管线中设置阀能够导致堵塞问题，因此不是可靠的解决方案。尽管如此，两个阶段的真空能够有效地偶合。

现在参见图 23，合适的和另外普通的真空泵 320 能够在用于冷凝组分如 EG 和其它可冷凝物的中间阶段冷凝器 321 上抽出真空。第一 EG 蒸气喷射器 322 被安装在喷雾冷凝器 324 和中间阶段冷凝器之间，和该蒸气喷射器通常具有在 6 到 8 之间的压缩比。中间阶段冷凝器的液体排泄物进入到液封容器 325 中，后者也称作浸渍容器。来自真空泵的排泄物，以及来自喷雾冷凝器的液体排泄物也能够通入到这一密封

容器中，或到任何其它类型的合适容器中。来自浸渍容器的该液体然后被泵抽穿过过滤器 326，冷却器 328，并且或者(a)返回到中间阶段冷凝器 321 或喷雾冷凝器 324 中，或者(b)在管线 33 处从这一系统中排出，例如，进入水塔(未显示)中。根据所加工的产品，系统的温度应该提高或降低以控制真空以及控制低沸点和中等沸点组分的聚集，这是已知的。

本发明的整合的真空系统的真空泵从缩聚中压真空阶段或区段 P2 抽吸真空而经管线 244 进入喷雾冷凝器的顶部或顶部区域中，正如图解法所说明的。来自最终缩聚反应器顶部的这一中压真空/蒸气流连接于在冷凝器顶部区段内的液体冷却喷嘴(未示出)下方的喷雾冷凝器。如以上所示，从喷雾冷凝器延伸到第一 EG 喷嘴的真空连接段也是在喷雾冷凝器的顶部，这可使缩聚蒸气在进入 EG 喷嘴之前被冷凝。这具有提高喷嘴能力的所需效果。

最终缩聚反应器的缩聚低压真空阶段或区段 P3 由管线 245 连接到第二 EG 喷嘴 330 中，并从其中延伸到该喷雾冷凝器的底部或底部区域中。来自第二 EG 喷嘴的蒸气因此在低于喷雾冷凝器 324 的底部液体冷却喷嘴(未示出)的位点进入喷雾冷凝器 324 中。这使得来自第二 EG 喷嘴的缩聚蒸气，和来自最终反应器底部中的低缩聚压力真空，发生冷凝，但不另外损害或削弱该缩聚反应器顶部的真空。

仍然参见图 23，本发明的整合的真空系统也包括通过利用真空泵 320 抽吸真空，让真空通过缩聚高压真空阶段或区段 P1 的所需组件。因此，该高压真空区段经由真空管线 243 以管道输送至冷凝器 335。来自高压阶段的蒸气在冷凝器 335 中按已知的方式冷却。在冷凝器中收集的液体/液体凝析液通入到与冷凝器实现流体连通的第二密封容器 336 中。

第二密封容器与泵 337 实现流体连通，从中抽吸出液体/液体凝析液并让它通过下游的过滤器 339。其后，该液体在与过滤器实现流体连通的冷却器 340 内冷却，和该液体回到冷凝器 335 以供再使用，或通入到该装置内的其它用户中，其根据需要来定。真空管线 334 从冷凝器 335 的顶部延伸，并通过控制阀 343 与真空泵 320 实现流体连通。

这一设计因此省去了 EG 喷嘴组，一个喷雾冷凝器和泵抽系统，并且仅仅具有两个总 EG 喷嘴而不是每组三个喷嘴。通过将中压和低压真

空区段的所有的汽压升降器放置于同一密封容器中，密封容器的数量也已经减少到低于一半。例如双系统将具有五个密封罐，而单个系统正常具有三个密封罐。这一构造因此省去了不必要的设备，仪器，以及还减少了另外为了操作较大真空系统所需要的能量消耗。

- 5 正如所述，因此，本发明的整合的真空系统包括分别与缩聚反应器的中压和低压真空区段当中的每一个实现流体连通的喷雾冷凝器，与喷雾冷凝器实现流体连通的中间阶段冷凝器，和与中间阶段冷凝器实现流体连通的真空泵。该系统的附加方面包括分别与喷雾冷凝器、中间阶段冷凝器和真空泵当中的每一个实现流体连通的密封容器；和
- 10 液体分配系统，它经过构建和排列后可收集、过滤、冷却和分配分别来自喷雾冷凝器和中间阶段冷凝器的液体，分别进入到喷雾冷凝器和中间阶段冷凝器当中的每一个中。其它方面包括：经过构建和排列之后收集来自真空泵的液体的液体分配系统；由单个密封容器组成的液体分配系统，该密封容器经过构建和排列之后收集分别来自喷雾冷凝
- 15 器和中间阶段冷凝器中的每一个中的液体；和控制阀，它与液体分配系统实现流体连通并经过构建和排列之后，根据需要有选择地将冷却液体通入到它的其它用户。

- 该系统的其它方面包括：来自低压真空区段的流体进入喷雾冷凝器的底部，和来自中压真空区段的流体进入喷雾冷凝器的间隔的顶部；
- 20 与缩聚反应器的高压真空区段实现流体连通的第二喷雾冷凝器，第二喷雾冷凝器也与真空泵实现流体连通；设置在第二喷雾冷凝器和真空泵之中间并与它们当中每一个实现流体连通的控制阀；和第二液体分配系统，它经过构建和排列之后收集，过滤，冷却，和分配从第二喷雾冷凝器通入到至少第二喷雾冷凝器中的液体。

- 25 本发明的整合的真空系统的另一方面包括：分别与缩聚反应器的中压和低压真空区段中的每一个实现流体连通的喷雾冷凝器，与喷雾冷凝器实现流体连通的第一 EG 喷嘴，与第一 EG 喷嘴实现流体连通的中间阶段冷凝器，与中间阶段冷凝器实现流体连通的真空泵，和分别与低压真空区段和该喷雾冷凝器实现流体连通的第二 EG 喷嘴。本发明的这一实施方案的附加方面包括：来自低压真空区段的流体进入喷雾
- 30 冷凝器的底部，和来自中压真空区段的流体进入喷雾冷凝器的间隔的顶部；从喷雾冷凝器的顶部延伸的第一 EG 喷嘴；与低压真空区段和喷

雾冷凝器的底部实现流体连通的第二 EG 喷嘴；和分别与喷雾冷凝器、中间阶段冷凝器和真空泵实现流体连通的密封容器，该密封容器经过构建和排列之后收集其中的液体和液体凝析液。更多的方面包括：与密封容器实现流体连通的泵，用于泵抽其中的所收集液体；与泵实现流体连通的过滤器；与过滤器实现流体连通的并经过构建和排列之后冷却所流过的液体的冷却器，该冷却器分别与喷雾冷凝器和中间阶段冷凝器中的每一个实现流体连通，和其中被冷却器冷却的液体分别通入到喷雾冷凝器和中间阶段冷凝器中；与冷却器实现流体连通的并经过构建和排列之后根据需要来有选择地将冷却液体通入到它的其它用户中的控制阀；液体收集和冷却系统，它经过构建和排列之后可收集分别来自喷雾冷凝器、中间阶段冷凝器和真空泵中的液体和液体凝析液，和将冷却的液体分别再分配到喷雾冷凝器和中间阶段冷凝器中。

收集来自最终缩聚反应器的液体的方法因此包括将来自反应器的至少中压缩聚真空区段和低压缩聚真空区段的流体通入到分别与中压和低压真空区段中的每一个实现密封式流体连通的单个喷雾冷凝器中，和用与中间阶段冷凝器实现流体连通的真空泵通过与喷雾冷凝器实现流体连通的中间阶段冷凝器来抽吸流体。该方法的附加方面包括：将来自低压缩聚真空区段的流体通入到喷雾冷凝器的底部，和将中压缩聚真空区段的流体通入到喷雾冷凝器的间隔的顶部；将来自喷雾冷凝器的顶部的流体通入到中间阶段冷凝器中；将来自喷雾冷凝器的顶部的流体穿过与喷雾冷凝器和中间阶段冷凝器实现流体连通的第一 EG 喷嘴；将来自低压缩聚真空区段的流体穿过分别与低压缩聚真空区段和喷雾冷凝器实现流体连通的第二 EG 喷嘴；在与喷雾冷凝器和中间阶段冷凝器中的每一个实现流体连通的密封容器中收集来自喷雾冷凝器和中间阶段冷凝器的液体和液体凝析液；过滤和收集被收集在密封容器中的液体，和将冷却液体分别送回到喷雾冷凝器和中间阶段冷凝器中；根据需要，有选择地让冷却液体的至少一部分穿过与其实现流体连通的至少一个控制阀，以供其它地方使用；和将来自高压真空区段的流体通入到与真空泵实现密封式流体连通的第二喷雾冷凝器中。

吸附器系统

在一些实施方案中，希望用吸附器取代蒸馏塔。该吸附器能够使

用热的，惰性的气体来解吸。惰性气体是在所存在的条件下不与反应物反应的任何气体。热气解吸会产生有极低浓度的水的二醇类，它们将改进该酯交换或酯化转化。在一个方面，至少一种反应物是二醇化合物，和其中至少一部分的二醇化合物作为蒸气，液体或同时作为蒸气5 和液体而从工艺中除去，并且送到吸附系统以便有选择地回收该二醇化合物。

如图 19 中所示，来自该工艺的流体被供应到第一吸附器 182 中。送至第一吸附器 182 中的工艺流体典型地包括蒸气，液体或它们的混合物。这一工艺流体通常来自酯化工艺所排出的蒸气流，和液体来自10 缩聚和其它液流，如泵冲洗，泵密封，真空泵，蒸发器冲洗，中间冷凝器等。该工艺流体流持续到达第二吸附器，直至希望回收的组分通过该床为止。离开吸附器的所有前面的工艺蒸气流体经由管线 184 被送至焚化 HTM 炉中。在这一点，该床是饱和的。

吸附的使用可以减少塔，设备，罐，搅拌器，泵等并且在一个实施方案中以几个简单的大型管或罐，压缩机，和两个换热器来取代它们。15 吸附节约能量，因为不需要象蒸馏塔 reflex，后者典型地具有等于产物排出速率的回流速率。吸收与蒸馏相比的另一个优点是，该二醇是更纯的，它导致产物中有较少的副产物，如降低的 DEG 和较少着色。同样，该副产物在酯交换或酯化反应器中减少，如在酯化反应器20 中的水。水对于反应器有重要的影响，因此，酯化反应器可以是较小的。

工艺流体作为产品流 189 进入吸附器床 181 并在产品流 190 中离开。产品流 190 具有连续监测仪器(如 FTIR，但有经验后单个波长是合适的，在有经验之后切换用计时器来进行，和监测能够用手工取样25 来完成)，它指示什么时候需要保存的组分离开该床。直到所需要的组分离开之后，全部其它组分经由料流 190 送至料流 184。料流 184 进入到热破坏设备如传热介质炉，热氧化炉，催化氧化器等中。一旦床 181 被装载，和所需要的组分是排出料流 190，工艺流体被送至下一吸收剂床。

30 为了使用同一附图，床 181 现在是作为部分荷载的床来显示，它由来自反应器的料流 189 来装载。床 182 是在前面段落中描述的满载床。床 183 是完全地解吸的床。床 181 按照在第一段落中所述被装载。

床 182 具有惰性气体如氮气，二氧化碳，氩气等的热气流，它经由来自热交换器 188 (它加热该气流 191) 的气流 191 被供应给该床。可以使用任何适当的热源，如蒸汽，电，热气或蒸气，热的液体如传热，介质，等等。热量也能够在冷凝器料流 187，191，192，193 和料流 199 5 之间交换。普通的气对气热交换器以及固体床交换器都可以使用。惰性气体气流的原动力来自压缩机或鼓风机 186，虽然对于惰性补充气流 197 可以使用喷射嘴设备。在组件 186 的进口上的压力通过惰性 197 和再循环料流 195 的添加来维持。

进入到床 182 中的热的惰性气体会从该床中解吸这些组分。另外 10 地，蒸汽或其它热的可冷凝的蒸气可以使用，但这有损于排出料流的纯度并且还需要用于该料流的附加分离设备。本领域中的那些技术人员将能够控制料流 191 的流速和温度以便准确地解吸床 182，将解吸的组分分离成高纯度，离散的脉冲。料流 192 中的这些脉冲可通过在料流 190 中使用的类似装置来监测。当不想要的组分从床 182 中分出而 15 进入到料流 192 中时，三向阀或多个两通阀被换向和料流 192 经由料流 198 送至热氧化设备，经过料流 184。另外，料流 192 能够穿过非冷却的冷凝器 185 和推进到料流 184 中以便热氧化。当所需的组分从床 182 分出而进入料流 192 中时，该阀门被切换和料流 192 进入到料流 199 和进入冷凝器 185 中。冷凝器 185 能够用空气，冷却水，冷却 20 气体来冷却，通过膨胀性冷却，或其它适当手段。冷却了的料流 199 降到饱和温度之下，所需要的组分从料流中作为液体而冷凝。在料流 187 中的液体被引导至该产物的合适贮存容器中。一旦料流 192 再次含有不想要的组分，该阀门再次被换向，以使料流 192 进入热氧化设备。在所需要和不想要的组分之间的这一切换过程继续进行，直至床 182 25 完全地解吸为止。床 182 然后进入到备用状态。

料流 193 中的来自冷凝器 185 的气体将含有需要回收的所需组分，但低于冷凝器 185 的饱和温度。如此，料流 193 被送至完全地解吸的床 183。床 183 吸附该所需要的组分清洁料流 193。料流 193 作为料流 194 离开床 183。料流 194 作为料流 195 被引导回到鼓风机或压 30 缩机 186。气流 197 添加补给惰性气体以维持压缩机 186 的恒定进口压力。

一旦床 181 被饱和和床 182 已经预先解吸，该床能够循环使用。

床 181 代替该循环中的床 182。床 182 代替床 183。床 183 代替床 181。在第二阶段中，床 181 将被解吸，床 182 将汇集来自冷凝器 185 中的所需组分。床 183 将被反应器蒸气所饱和。一旦床 181 被解吸和床 183 被饱和，下一阶段将开始。

- 5 基于系统尺寸和所生产的产物，进一步的提高可能是需要的。多个吸附器床是各个功能所需要的，以及多个冷却器，压缩机，加热器，和换热器。来自反应器的料流 189 可以在进入床 181 中之前被冷却以改进床的吸附容量。

齿轮泵的省去

- 10 大多数的聚酯装置在预聚物反应器和后缩聚反应器之间具有齿轮泵。该泵克服了在两个反应器之间的压降，因为压差不是足够的大以便提供所需流量。该泵也被用作计量装置，以便为最终反应器提供均匀流速，实现稳定操作。一些工艺已经用预聚物反应器来构建，后者处于比最终反应器更高的高度上以便提供必要的压差。这些装置将均匀流量送至最终反应器。

- 15 该管式反应器系统不需要在缩聚系统中的泵，因为管道的设计固有地提供为了将物料移动到该装置的下一部分中所需要的压力。另外，该管式反应器没有液位或压力控制系统，为系统提供扰动，这种扰动可通过齿轮泵来衰减。该管式反应器会衰减进口扰动。因为该管
- 20 路系统提供均匀的流动，而没有附加的衰减，并提供为在反应器各部分之间提供流动所需要的排出压力，因此在该缩聚区段中不需要齿轮泵。

结合的酯化管式反应器和缩聚管式反应器

- 25 以上对于酯化和缩聚的工艺和装置所列举的各个区段适用于，并能够用于，下面讲述的该结合和改型实施方案。

- 30 如图 6，17A，和 17B 中所示，本发明的两个主要管式反应器阶段能够组合成整套装置。图 17A 显示了本发明的一个实施方案。酯化反应器和缩聚反应器两个都是管式反应器。反应物质被储存在罐 221 中并从该罐中进料。在优选的实施方案中，它是直接加入到再循环管道 224 中的固体 PTA。该反应物质从罐 221 进入到固体计量设备 222，它处于称重单元 223 上。固体 PTA 进入再循环管道 224 中，它与来自酯化反应器 227 的反应性单体混合，后者已经再循环通过管线 230。混合

物进入热交换器 226, 在其中被加热。混合物然后被供应给管式反应器 227。反应混合物的一部分再循环回到管线 230 中, 进入泵 225 的流入液中。附加的液体添加剂, 如反应物, 能够通过管线 240 进料到优选泵 225 的流入液中。泵 225 的流出液通过降压装置 246 加入, 有利于 PTA 从罐 221 中的固体进料。该酯化反应器能够在管线 231 和 232 处排放。蒸气优选送到精制工艺。图 17B 与图 17A 的差异在于存在附加的排气管线 229。排气管线 229 在一个方面刚好位于再循环 T 形管之前, 如图 17B 中所示, 在某些方面, 从工艺中除去水。反应混合物的另一部分流过附加管式反应器酯化工艺 228。来自酯化工艺的流出液然后任选与附加的液体添加剂在 234 处混合, 通过换热器 233, 然后进料到该缩聚反应器 235, 236 和 237 中。该流出液, 或完成的聚酯或聚合物, 穿过齿轮泵 238 并在 239 处离开该系统。在 PET 和 PETG 工艺中的压力, 具体地说真空, 能够通过使用排气管或真空汇管 243, 244 和 245 来控制。该排气管或真空汇管 243-245 能够供应给氧化器, 如 HTM 炉, 焚烧炉, 或热氧化炉。在酯化部分或区段 (E1/E2) 和缩聚部分或区段 (P1/P2/P3) 之间的压差能够通过使用压差设备, 如汽压升降器 247 来控制, 而在缩聚阶段 235, 236 和 237 的每一个之间的压力能够通过使用压差设备如在 241 和 242 中的每一个处的汽压升降器来控制。在一个供选择的实施方案中, 代替来自酯化工艺的再循环流入液, 再循环流入液能够来自缩聚工艺, 例如, 作为流出液 239 的分流 (在图中未示出)。这能够提高该液体聚合物均匀性。

本领域中的技术人员会认识到, 本发明的反应器能够用于构造新的装置, 以及增强或改进现有装置或增加容量。该管式反应器可用于取代现有装置或能够插入该现有装置的部分或多个部分中, 后者存在技术上或容量上的极限。在一个方面, 酯化, 缩聚, 或两管式反应器装置在构建和排列之后能够与制造聚酯单体或聚合物的普通反应器实现流体连通。例如, 图 5 显示了可能的构型, 其中第二酯化反应器 212 不具有足够的体积在它的全容量下为缩聚反应器 213 进料。在这一情况下, 在第一和第二酯化反应器 (分别 211 和 212) 之间增加管式反应器 21。如果在第一缩聚反应器 213 中需要附加的停留时间, 则该管式反应器 215 能够安装在第一缩聚反应器的顶部之上。类似地, 能够增加套管来增大分离表面积以减少液体夹带。从系统中除去的蒸气经由

管线 216 和 217 排出。能够增加另外的管以增大传热面积。这些管道改进能够在装置运行时安装(该管甚至在壁外部布置,以便为安装提供足够的空间),只是两个末端接头除外。然后在短的停机期间,该接头能够形成,有效地达到容量增大或性能增强。这些管式反应器改型能够串联或并联到现有设备 CSTR 或其它类型的普通反应器。当该管式反应器改型平行于普通的反应器时,各自管式反应器和普通的反应器中的每一个能够有选择地操作,使得反应器中的仅仅一个在进行操作,或反应器的两个同时进行操作。

另外地,该管式反应器改型能够取代该现有反应器。在一个实施方案中,提供聚酯生产系统,这包括相对于包括普通聚酯反应器的普通聚酯工艺来说已改进的本发明的管式反应器,其中普通的反应器已经从该生产系统中禁用。在另一个方面,提供了改进普通聚酯工艺的管式反应器的方法,包括(a)在包括普通聚酯反应器的普通聚酯工艺中更替使用本发明的管式反应器;和(b)从该工艺中禁用普通反应器。正如这里所使用的,对于普通方法而言的禁用是指,防止流体流向普通工艺,例如通过提供在普通反应器的进口上游和在普通反应器的出口下游的阀门并用阀门来隔离普通工艺或将普通反应器的进口和出口从该工艺系统中脱离。

在这里所述的工艺和装置中,有一个以上的酯化阶段或区段和/或一个以上缩聚阶段或区段。这些多个反应器能够串联或并联布置。

前面的部分描述了用于设计本发明的管式反应器系统的参数。对于大型装置,不可能获得足够大的管径来构造该反应器和满足该参数。对于此类装置,多个管式反应器能够平行操作。多个平行的管式反应器能够在这些区段内或在这些区段之间的不同位置上安装和结合。为了最大程度降低费用,反应器的初始部分能够在分割之前被混合。这使得不需要购买附加的进料系统。蒸气管线能够全部引导至同一真空组。这些缩聚反应器能够共享相同的真空和冷凝系统。因此,唯一的辅助设备,和所发生的成本,是所需要的附加的管道。

在另一个实施方案,一个单管反应器从初始预单体反应物生产出聚酯聚合物。在这一管式反应器中,用于制造单体的反应物在一端进料,和聚酯聚合物产品在另一端输出。这对于不具有单独的酯化和缩聚步骤的聚酯工艺是尤其适用的。在这一实施方案中,对于单独的酯

化和缩聚反应器和工艺的上述各方面适用于该单管反应器工艺，如溢流堰的使用，蒸气除去和液体分离，管式反应器的几何取向，等等。

因此；在一个方面，该管式反应器被分成多个大体上平行流动导管，在其进口和出口之间延伸，和其中流过管式反应器的反应物穿过多个流动导管中的一个，同时流过该反应器。在另一个方面，提供了至少两个单独的酯化管式反应器，它们中的每一个生产相同的或不同的聚酯单体，和其中离开各酯化管式反应器的聚酯单体流体被引导至缩聚管式反应器的第一端。在另一个方面，提供了至少两个单独的缩聚管式反应器，它们中的每一个生产相同的或不同的聚酯聚合物，和其中离开各酯化管式反应器的各聚酯单体流体被引导至各缩聚管式反应器中的至少一个反应器的第一端。在另一个方面，该酯化管式反应器包括有共同的进口、彼此平行设置的多个酯化反应器。在另一个方面，该缩聚管式反应器包括有共同的第一端的、彼此平行设置的多个缩聚反应器。在这一实施方案中，共反应物能够被加入到多个缩聚反应器中的至少一个中，但不加入到所有的缩聚反应器中，因此生产至少两种不同的聚酯产物。

本发明的一些优点

本发明的一个益处是该设计使得反应器能够在含有障碍物的区域中建造。该管能够在塔，管束，其它管，其它反应器，蒸馏塔等周围制造。

同样，本发明的实施方案不需要压力或液位控制器。在酯化或酯交换反应器的底部的压力可通过因摩擦引起的压降，来自反应器液体内容物的静压头，和在离开反应器的蒸气管线上的回压来控制。因为该目标是为了以规定压力分布来降低反应器中的压力，反应器管路经过构型设计可形成这一分布。这使得不需要利用阀门的压力控制。但是可以控制该蒸馏或蒸气排泄压力并将这一压差加到整个酯化或酯交换反应器上。

聚合组的几乎每个方面均可通过本发明的管式反应器而大大地简化。所需要的仪表配置，阀门和控制回路大大地减少，以及泵，反应器搅拌器，反应器螺杆，和相关的密封系统都省去。除泵之外，如果用于再循环组，则本发明的管式反应器系统具有少的或甚至没有运动的部件。这些组件从该装置中的减少和省去大大地减少了所需要的计

算机和控制设备的量，投资费用，养护费用和动力消耗量。该管式反应器能够在没有垫片下被焊接，这将减少从反应器中的散发和空气渗漏到反应器中，据此改进了产品质量。设备和控制系统的大幅度削减也提供了减少的生产费用。

- 5 本发明的管式反应器能够在比反应器容器更少的时间内建造和安装完成。管道能够选购或现场预制。该管式反应器尺寸能够经过设计可使反应器部分由标准卡车，运输船只，载重汽车等运输，无需花费太大和费时地获准超大尺寸或超重运输。该预制允许进行组装式的装置设计，其中管道能够被构造，进行压力试验，和在工厂中绝热，减少现场构造时间和具有较低费用。

- 10 本发明的聚酯管式反应器设计所需要的液体体积基本上低于普通的聚酯工艺。另外，所生产的特殊副产品的量通过利用本发明的管式反应器设计而大大地减少。在本发明的一个方面，其中生产 PEG，本发明能够在最终生产中获得低于 1.2wt% 的 DEG 杂质含量，在另一个方面
- 15 小于或等于 1.0wt%，在另一个方面 0.74-1.0wt%。这与制造 PET 的典型普通工艺形成对照，其中 DEG 杂质质量的典型范围是 1.2wt% 到 2.0wt%。事实上，在最终产物中 DEG 杂质的这一减低量能够与本发明的聚酯管式反应器设计可实现的急剧液体体积减少同时达到。

20 实施例

- 给出下列实施例，从而为本领域中的那些普通技术人员提供了本发明的化合物，组合物，制品，设备和/或方法如何获得和评价的完整公开和描述，并且认为是本发明纯粹的举例说明，而不认为限制本发明人认为是他们的发明的范围。已经作了努力来确保数值(例如量，温度等)的精确性，但是一些误差和偏差应该考虑。除非另外指示，否则，份是重量份，温度是℃或在是环境温度，压力是在大气压下或接近大气压。
- 25

- ASPEN 模型用于下面的数据。当在实施例中涉及 ASPEN 模型设计时，它是 ASPEN 10.2, service patch 1, 带有 Polymers Plus, 以及 ASPEN 's PET Technology。
- 30

实施例 1

使用 ASPEN 模型设计，对于 PET 和 PETG 中每一个的管式反应器系

统都计算举例性质的管长度和热交换面积。结果示于下表 1 中。

表 1

		酯化	缩聚		
管直径	in	14	12	14	16
PET 装置管长度	ft	733		1775 阶段 1	1905 阶段 2
PET 装置热交换器面积	ft ²	2200		2000	
PETG 装置管长度	ft	79	75 阶段 1	255 阶段 2	680 阶段 3
PETG 装置热交换器面积	ft ²	2200		1900	

5 实施例 2

聚酯管式反应器设计所需要的液体体积基本上低于普通的聚酯工艺。例如，进行 ASPEN 模型设计，与 300 百万磅/年 PET 瓶子装置对比。结果列于下表 2 中。

10 表 2

酯化	
标准装置	100 m ³
管式反应器	8.4 m ³
%减少	92%
缩聚	
标准装置	35.6 m ³
管式反应器	14.2 m ³
% 减少	60%
总装置	
标准	135.6 m ³
管式反应器	22.6 m ³
% 减少	83%

实施例 3-7

进行各种 ASPEN 模型设计，以确定操作条件和本发明的各种聚酯的性能结果。该模型设计是基于图 17a 或 17b 任一个中本发明的装置，如下表中所注明。特性粘度 (I. V.) 是通过将 0.25g 聚合物溶于 50ml 溶剂中来测量，该溶剂由 60wt% 苯酚和 40wt% 1,1,2,2-四氯乙烷组成。该测量是通过使用 ASTM D 5225“Standard Test Method for Making Solution Viscosity of Polymers with a Differential Viscometer”，使用 Viscotek Differential 或 Modified Differential Viscometer 在 25℃ 下进行。实施例 3-7 的结果分别显示在下面的表 3-7 中。

表 3

均聚 PET-瓶子聚合物					
再循环比率	5 份单体相对于 1 份 PTA, 按重量计				
生产速率	300 百万磅/年				
EG 与 PTA 进料摩尔比	1.6				
反应器 (参见图 17A)	酯化		缩聚区段 1	缩聚区段 2	缩聚区段 3
温度 (°C)	296		296	296	296
压力 (psig)	10 降至 2				
压力 (托, 绝对)			61	10	0.5
液体体积 (m³)	16.2		3.7	3.3	9.9
E1P1P2P3					
12 在管中 (ft)	632	253			
14 在管中 (ft)			935	830	
16 在管中 (ft)					1875
热交换器 (ft²)	2200		2200		
完成产品					
IV	0. 60 dL/g				
DEG	0.78 wt %				
酸端基	33 摩尔当量/每 1 百万克				
乙烯基端基	1.5 摩尔当量/每 1 百万克				

表 4

PETG 共聚酯 (20.5 wt% CHDM)					
再循环比率	10 份单体相对于 1 份 PTA, 按重量计				
生产速率	95 百万磅/年				
EG 与 PTA 进料摩尔比	3.5				
反应器 (参见图 17A)	酯化		缩聚区段 1	缩聚区段 2	缩聚区段 3
温度 (°C)	255		255	275	275
压力 (psig)	47 降至 25				
压力 (托, 绝对)			120	5	0.5
液体体积 (m³)	4.6		4.0	5.0	3.2
	E1		P1	P2	P3
12 在管中 (ft)	213	85			
14 在管中 (ft)			201	254	
16 在管中 (ft)					680
热交换器 (ft²)	2000		2000		
完成产品					
IV	0.75dL /g				

表 5

均聚 PET-瓶子聚合物					
再循环比率	5 份单体 相对于 1 份 PTA, 按重量计				
生产速率	300 百万 磅/年				
EG 与 PTA 进 料摩尔比	1.6				
反应器(参见 图 17B)	酯化		缩聚区段 1	缩聚区段 2	缩聚区 段 3
温度(℃)	296		296	296	296
压力(psig)	10 降至 2				
压力(托, 绝 对)			11	10	0.5
液体体积 (m ³)	8.4		1.7	2.7	9.8
	E1	E2	P1	P2	P3
12 在管中(ft)	318	127			
14 在管中(ft)			630	1005	
16 在管中(ft)					1875
热 交 换 器 (ft ³)	2000		2000		
完成产品					
IV	0.60 dL/g				
DEG	0.94wt%				
酸端基	35 摩尔当量/每 1 百万克				
乙烯基端基	1.5 摩尔当量/每 1 百万克				

表 6

均聚 PET - 纤维聚合物					
再循环比率	5 份单体 相对于 1 份 PTA, 按重量 计				
生产速率	300 百万 磅/年				
EG 与 PTA 进 料摩尔比	1.6				
反应器 (参见 17B)	酯化		缩聚区段 1	缩聚区段 2	缩聚区 段 3
温度 (°C)	296		296	296	296
压力 (psig)	10 降至 2				
压力 (托, 绝 对)			11	10	0.5
液体体积 (m ³)	8.4		1.9	2.4	7.7
	E1	E2	P1	P2	P3
12 在管中 (ft)	313	125			
14 在管中 (ft)			704	893	
16 在管中 (ft)					1473
热 交 换 器 (ft ²)	2000		2000		
完成产品					
IV	0.55 dL/g				
DEG	0.94wt%				

表 7

PETG 共聚酯 (20.5 wt % CHDM)					
再循环比率	10 份单 体 相 对 于 1 份 PTA, 按 重量计				
生产速率	95 百万 磅/年				
EG 与 PTA 进 料摩尔比	3.5				
反应器(参见 图 17B)	酯化		缩聚区段 1	缩聚区段 2	缩聚区 段 3
温度(℃)	255		255	275	275
压力(psig)	47 降至 25				
压力(托, 绝 对)			120	5	0.5
液体体积 (m ³)	2.3		2.5	5.0	3.2
	E1		P1	P2	P3
12 在管中 (ft)	106	43			
14 在管中 (ft)			125	254	
16 在管中 (ft)					680
热 交 换 器 (ft ³)	2000		2000		
完成产品					
IV	0.75 dL/g				

通过比较表 3 到表 5, 观察到下列结果。在确认的过程中没有蒸汽分离(表 3 数据), DEG 副产物是 0.78wt%, 而表 5 数据, 它在反应的酯化区段中具有蒸气分离, 并产生 0.94wt% 的 DEG 副产物。然而, 对于在酯化系统中的蒸气分离, 该液体体积是从 16.2m³ 降至 8.4m³ (表 5 与表 3 对比)。在酯化过程中除去水, 如表 5 中所示, 驱动该反应生产单体但也驱动该反应生产附加的 DEG。然而, 反应器的液体体积急剧减少。在这种情况下, 对于 PET 来说, 容积减小超越了 DEG 生产的增长速率并提供了具有稍高 DEG 的最终产物, 但反应器的液体体积减少了几乎 50%。这导致了 PET 生产的相当大的资本投资节约和操作费用节约。

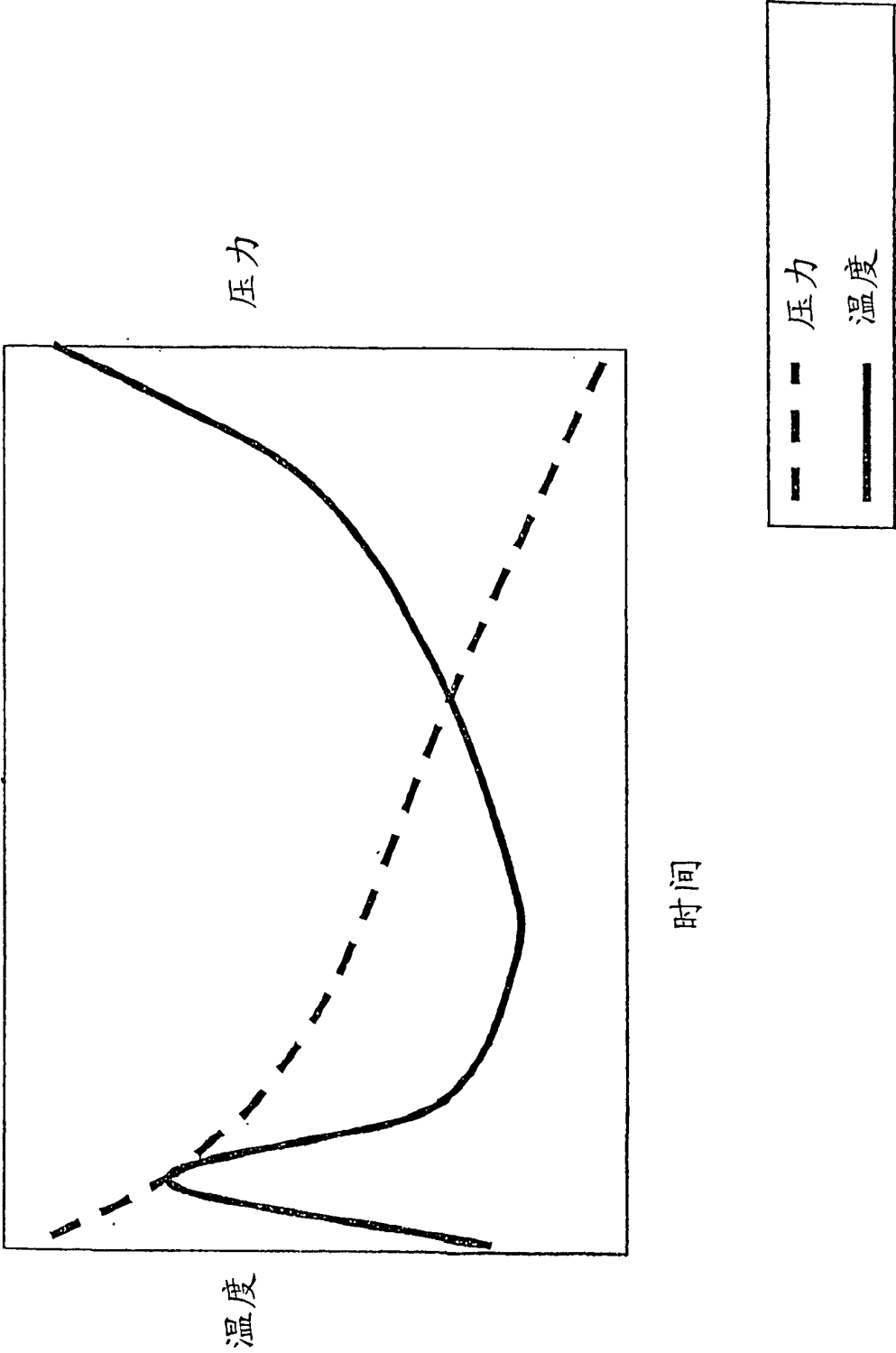
另外, 表 3 和 5 都表明, 分别 0.78wt% 和 0.94wt% 的 DEG 副产物, 都低于使用普通 CSTR 工艺典型的副产物量, 后者是 1.2 - 2.0wt%。

另外, 如表 3-6 中表明, 该反应器在比普通的 CSTR 反应器更高的温度下运行。在表 3-6 中示出的实施方案中, 该反应器是在 296℃ 下运行, 与普通的 CSTR 反应器相反, 后者典型地在约 262℃ 下运行。令人吃惊地, 该管式反应器能够在比 CSTR 更高温度下运行, 但却没有增大 DEG 生产的副作用, 正如在表 3-6 的最终产物数据中所示。在理论上推断这归因于与 CSTR 反应器相比的在管式反应器中的较少停留时间。更热的反应温度也会通过水从该工艺中增加的蒸发来增强该过程。

在整个申请中, 各种出版物作为参考文献来引用。这些出版物的全部公开内容据此被引入到本申请中供参考, 以便更完全地描述本发明所涉及的技术领域的状态。

对于本技术领域中的那些技术人员来说显而易见的是, 在不脱离本发明的范围或精神的情况下, 在本发明中能够进行各种改进和变化。本发明的其它实施方案对于本领域中的技术人员在阅读本说明书和其中所公开的实施方案之后是显而易见的。本说明书和实施例被认为是仅仅举例而已, 本发明的真实范围和精神是由下面的权利要求来指示的。

图 1：聚酯反应温度和压力分布图



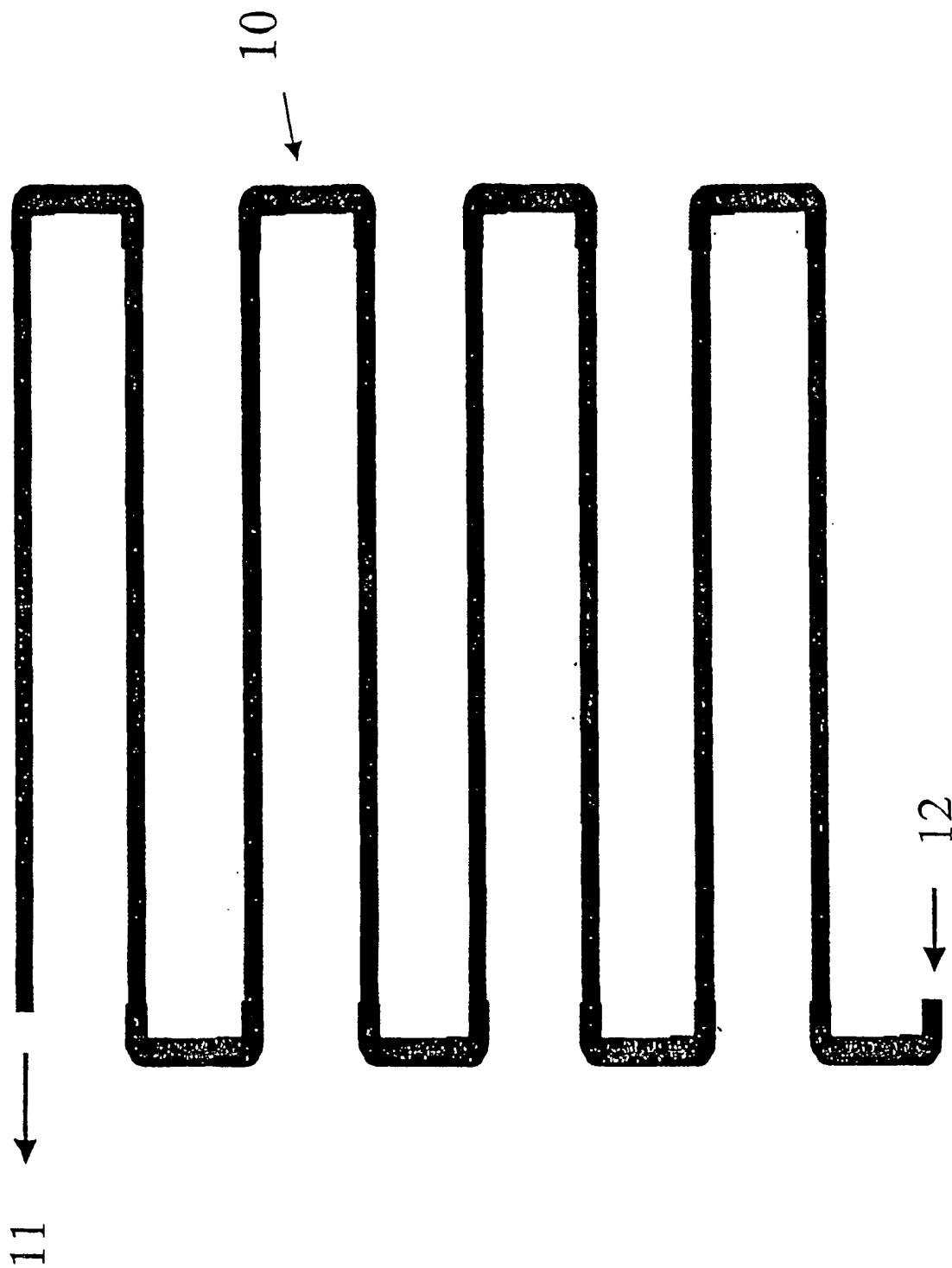


图 2: 酯化或缩聚管式反应器

图 3: 管式反应器安装费用

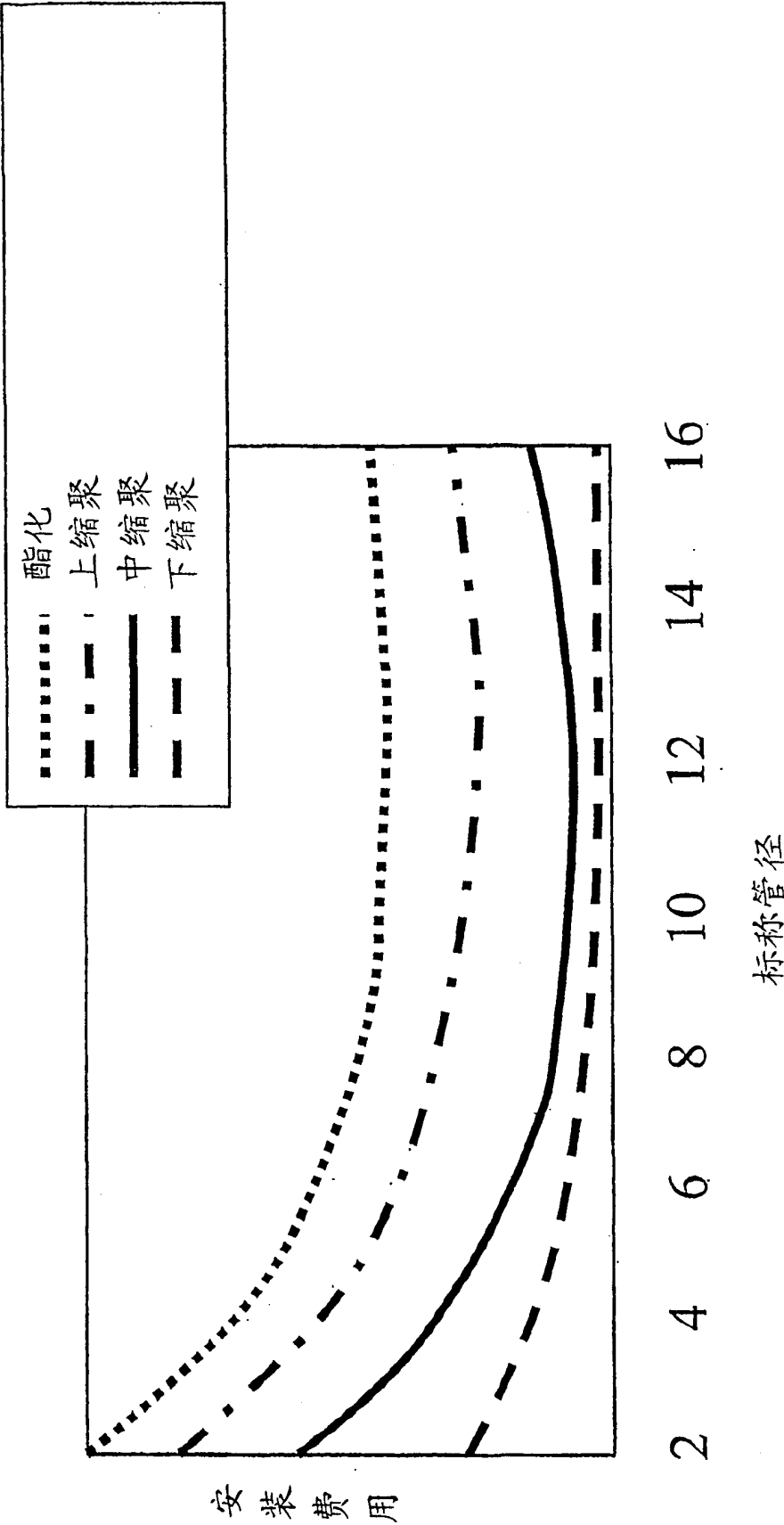
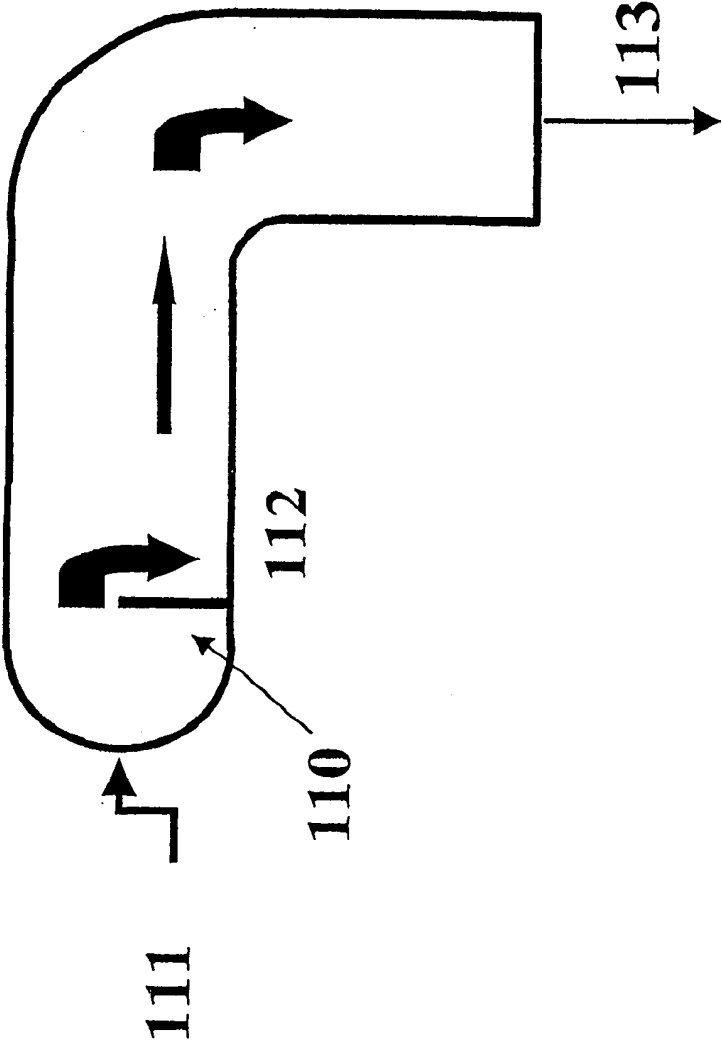


图 4: 酯交换或酯化反应器的顶部, 其中经过溢流堰流入
缩聚反应器实现液面控制



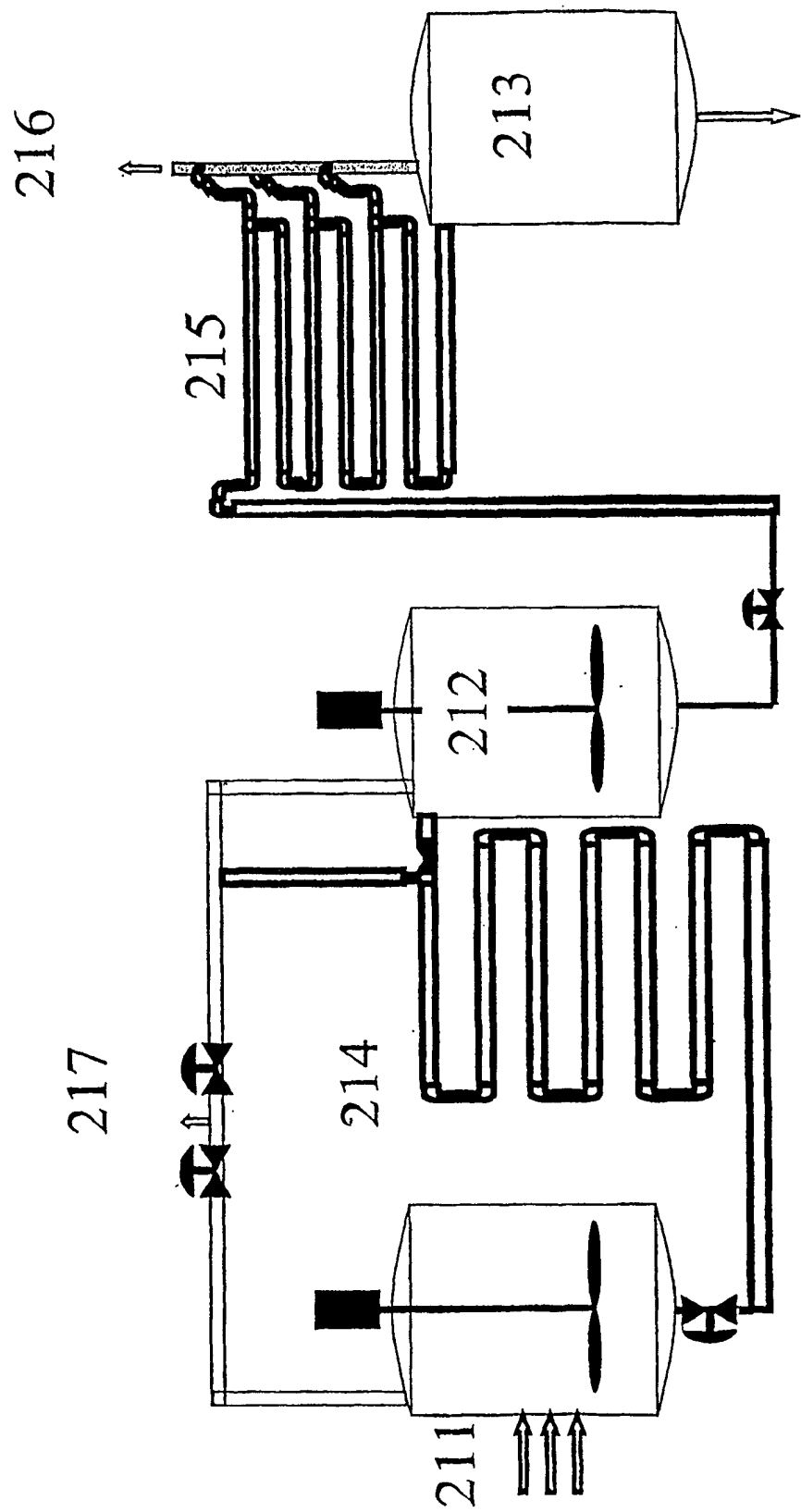


图 5: 用管式反应器改进现有生产线

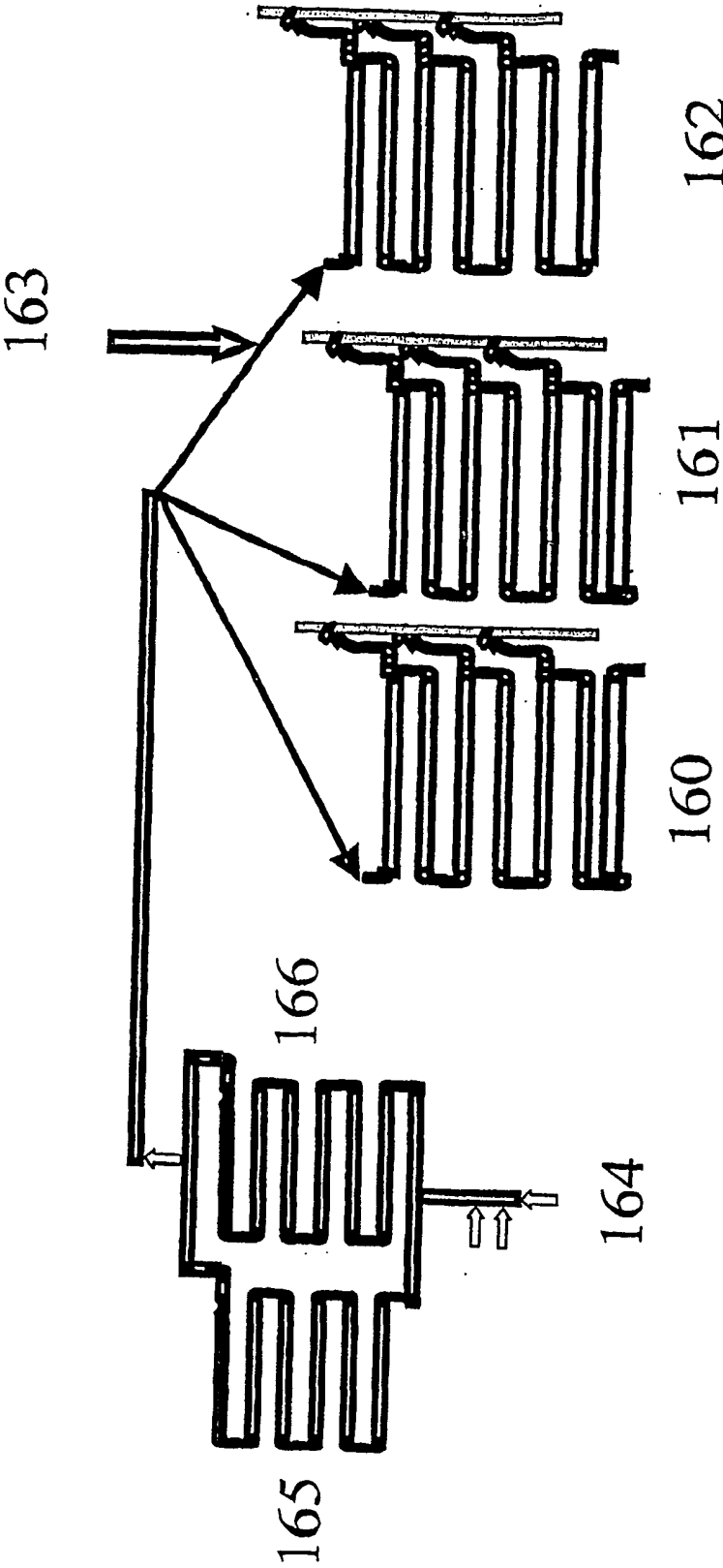
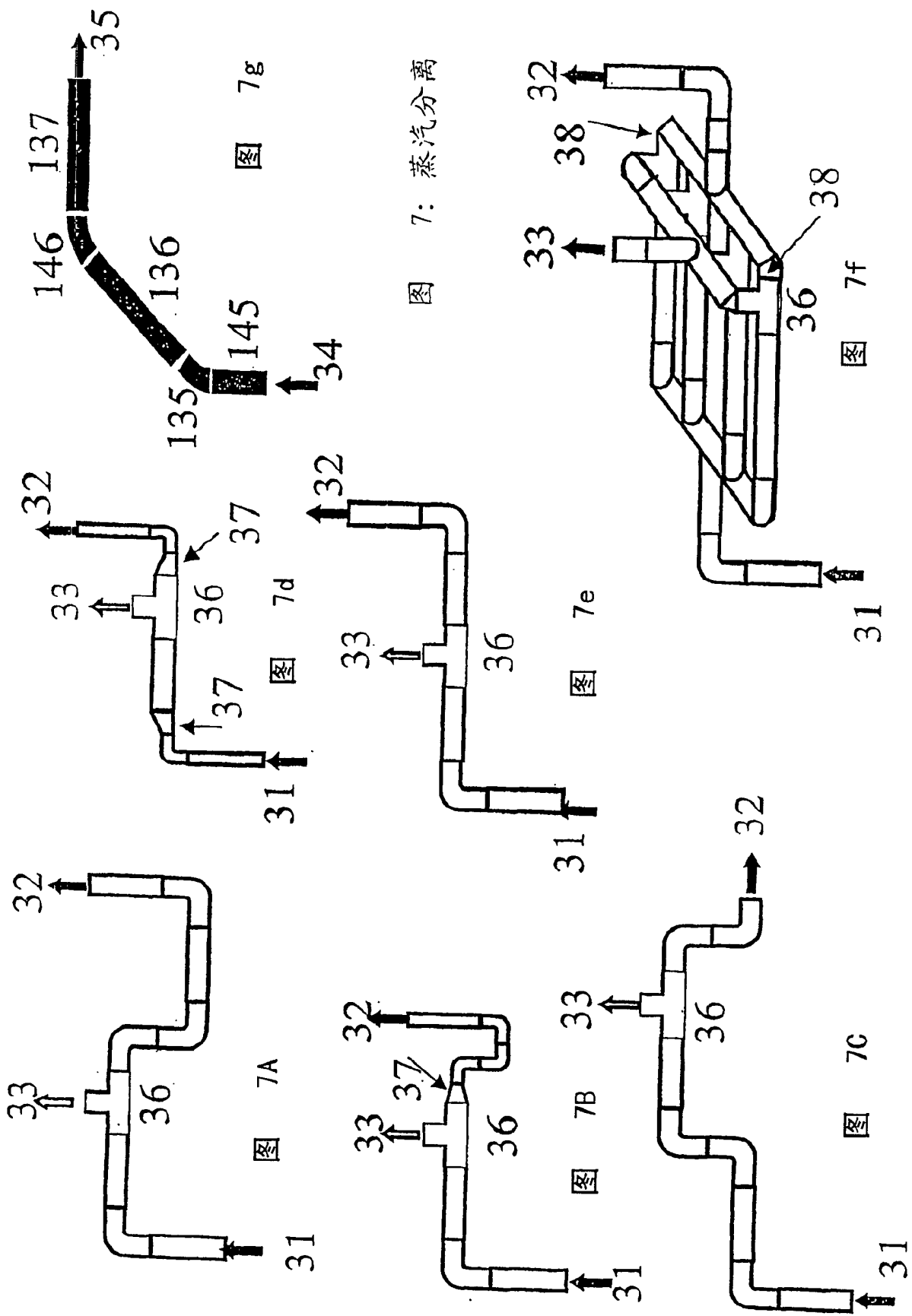


图 6: 大型装置和多种产品



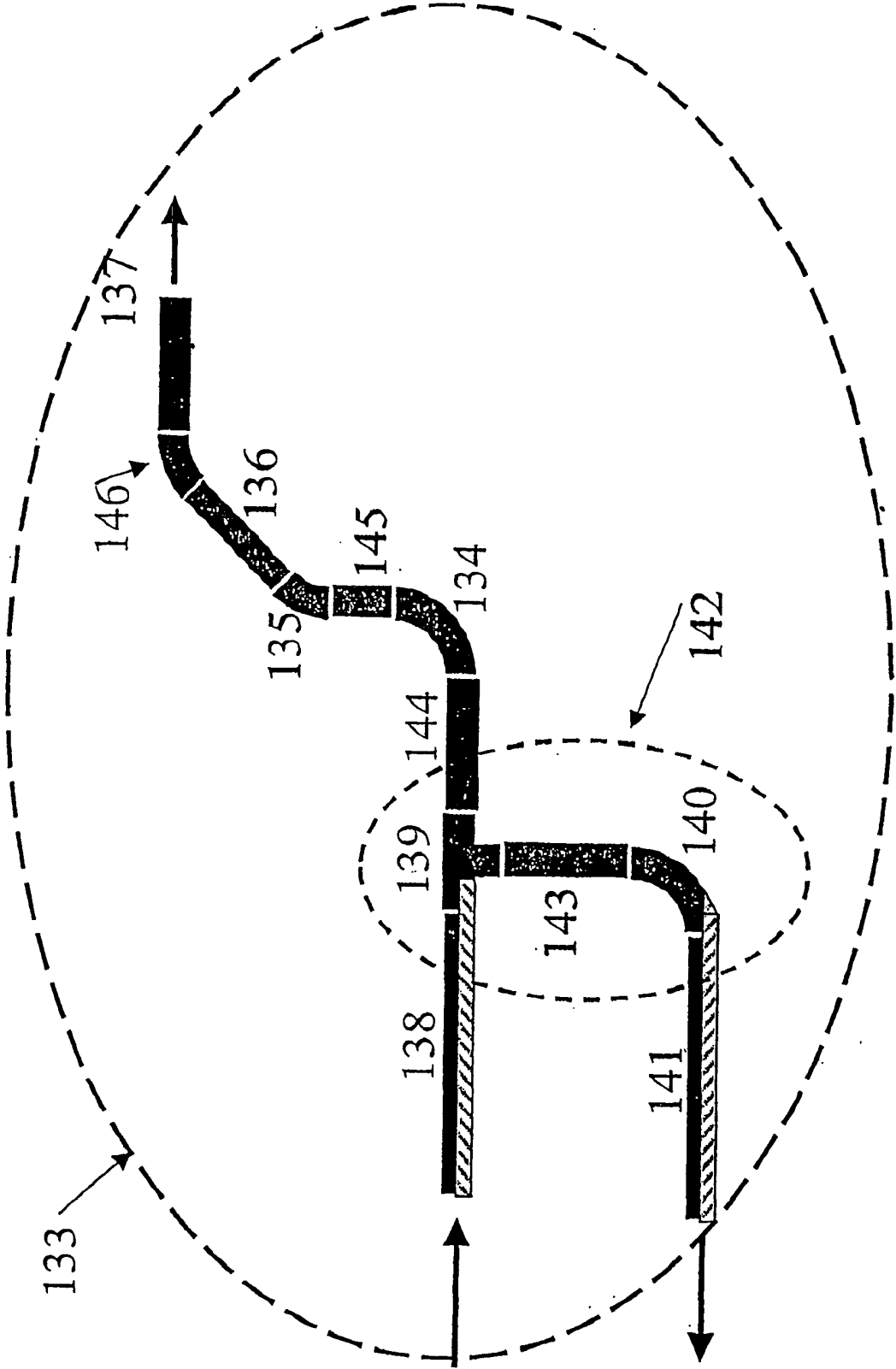


图 8: 缩聚蒸汽分离

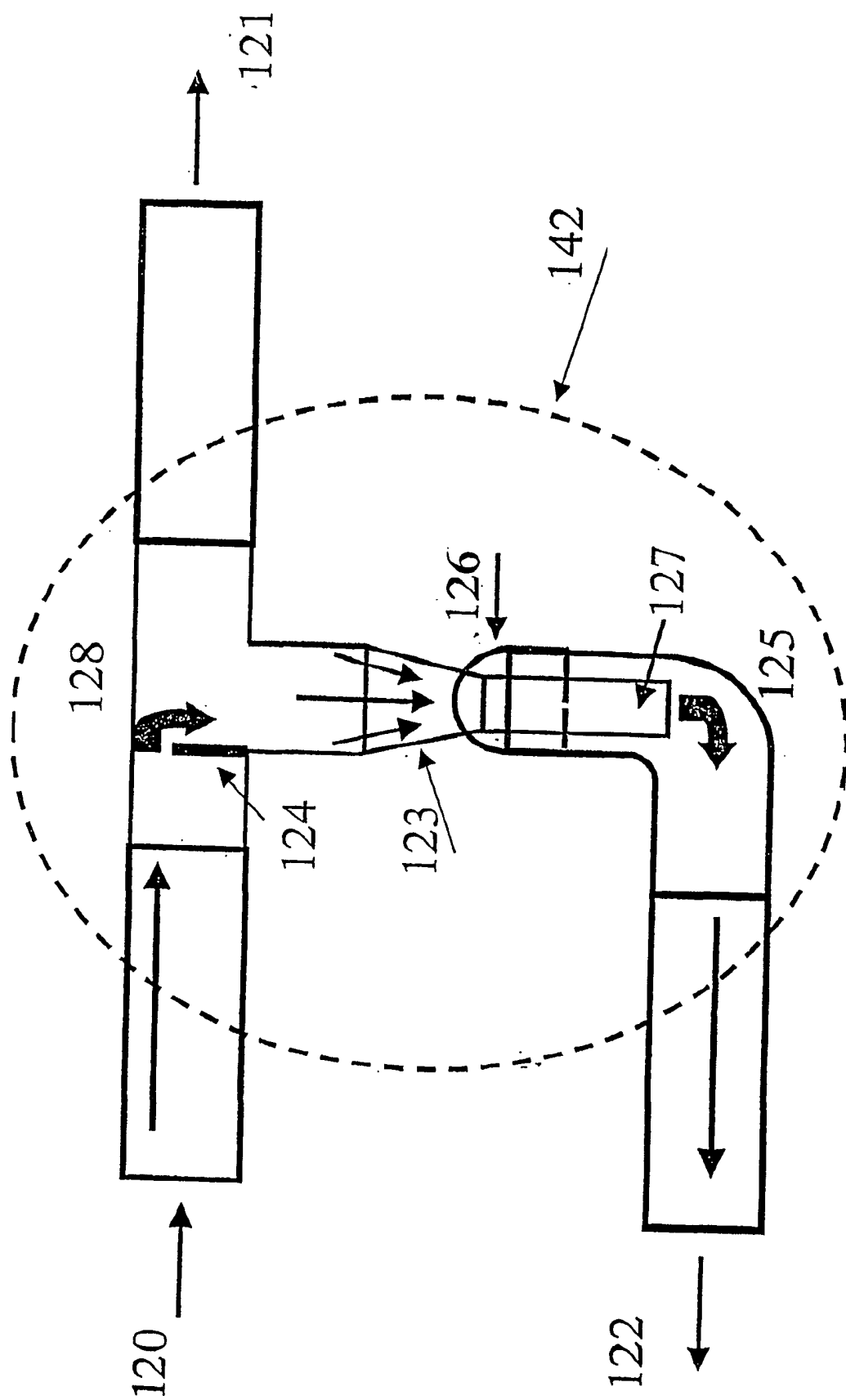


图 9: 缩聚区段中的层状混合

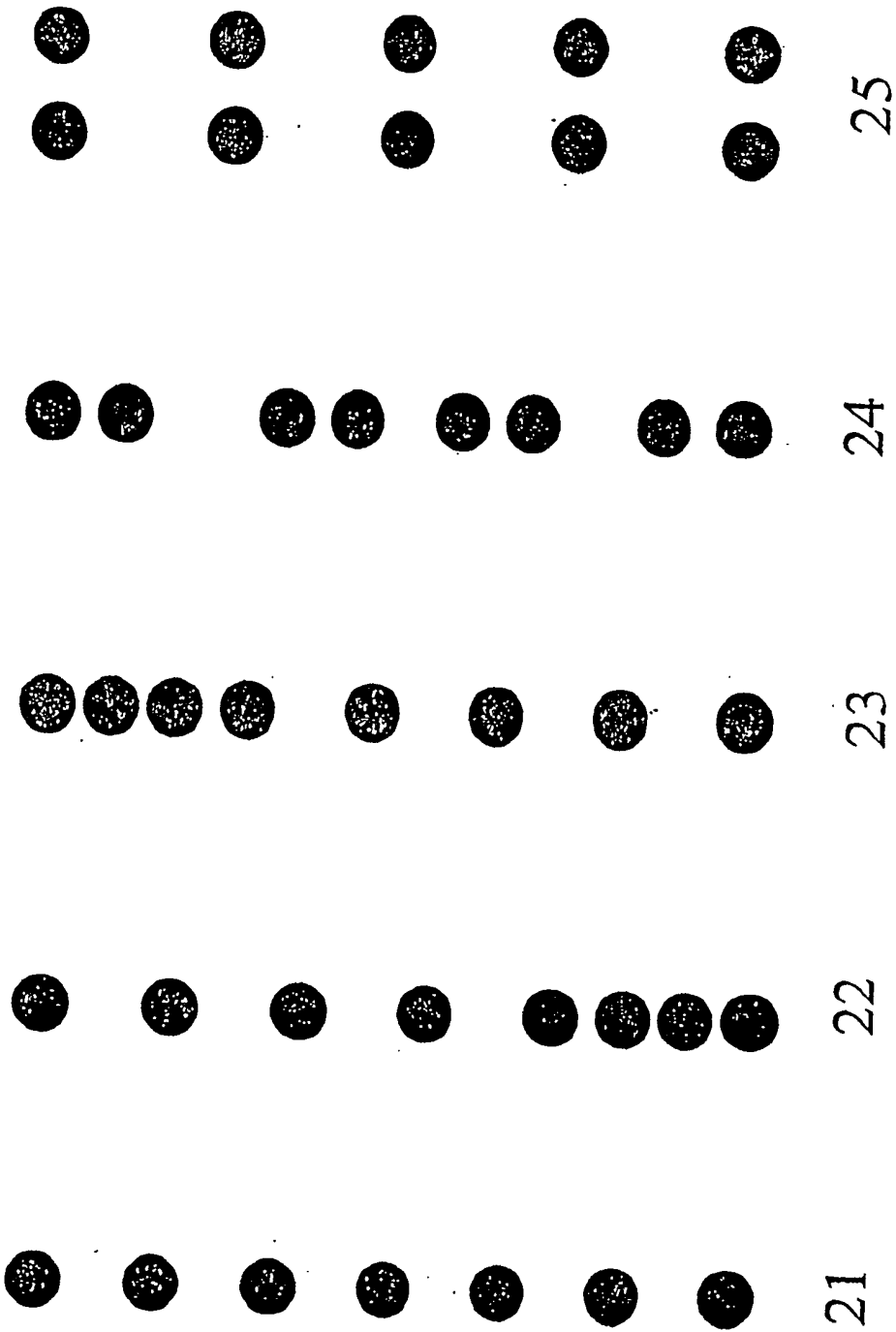
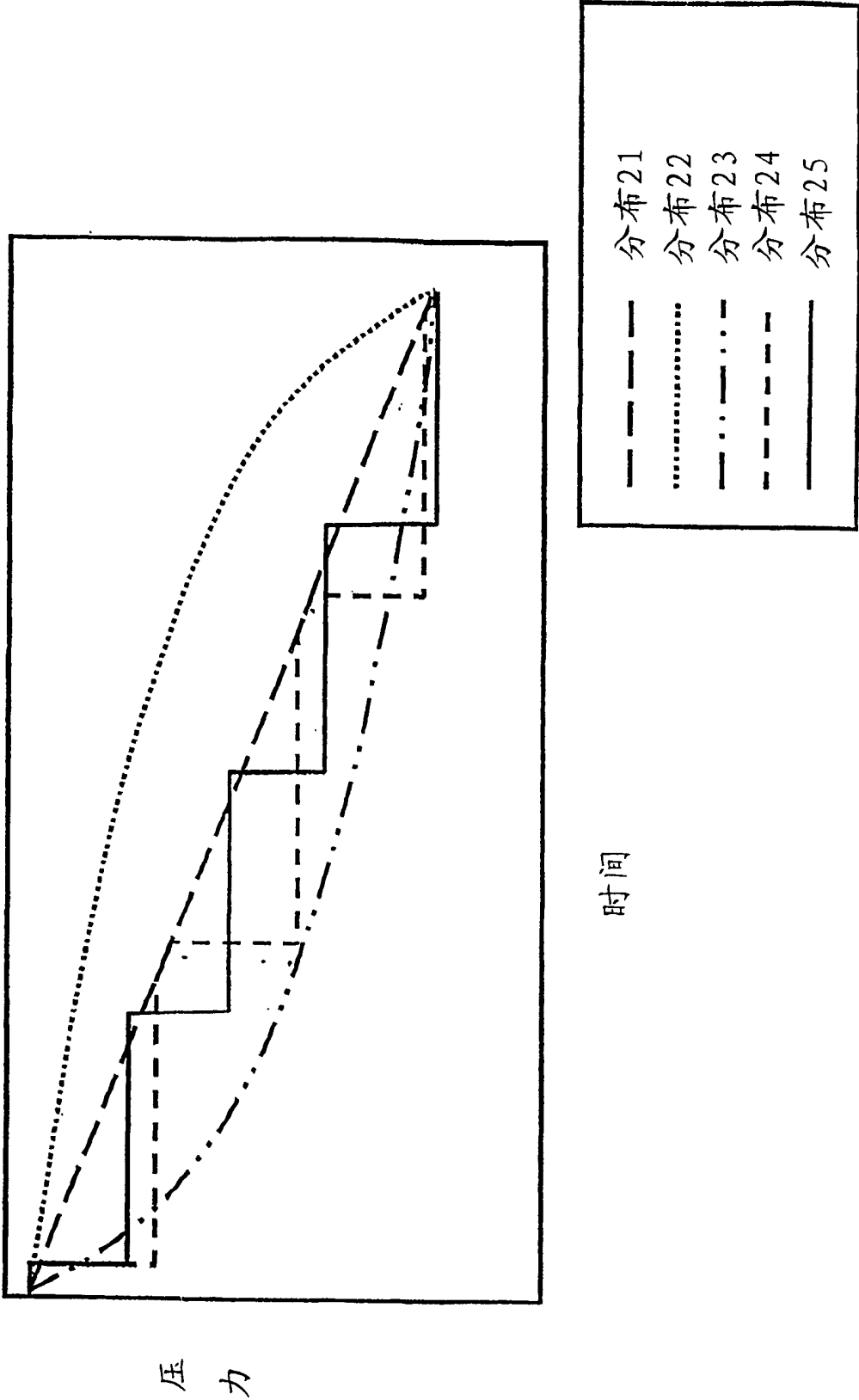


图 10: 变化的酯化和酯交换反应器压力分布

图 11: 通过改变管构型来改变压力分布



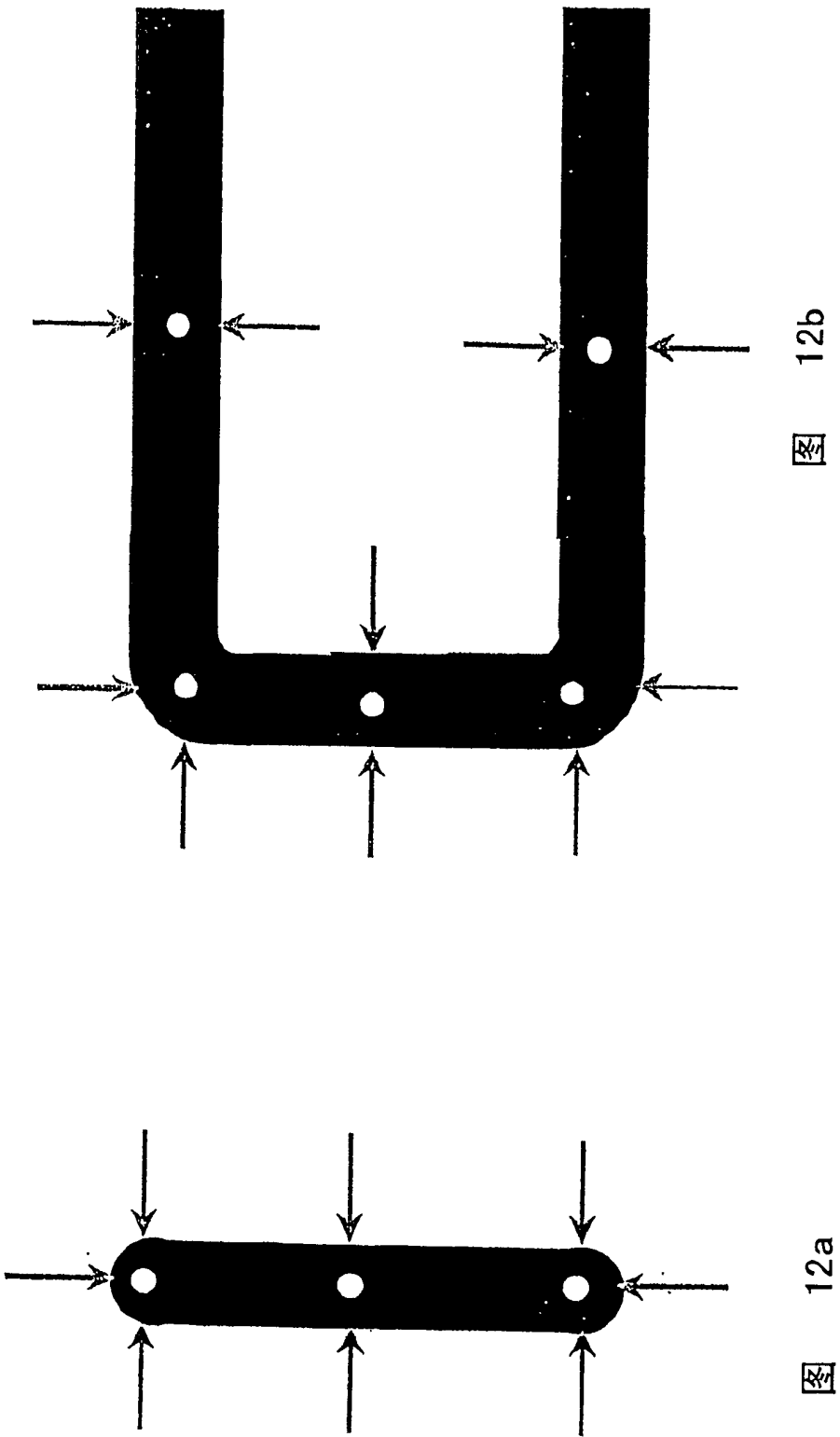
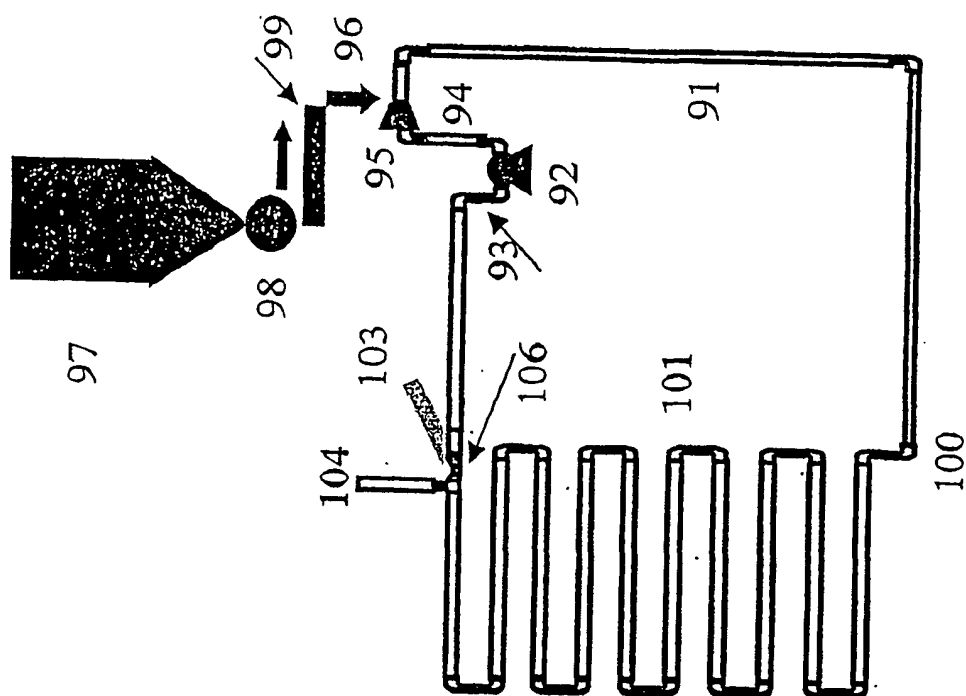
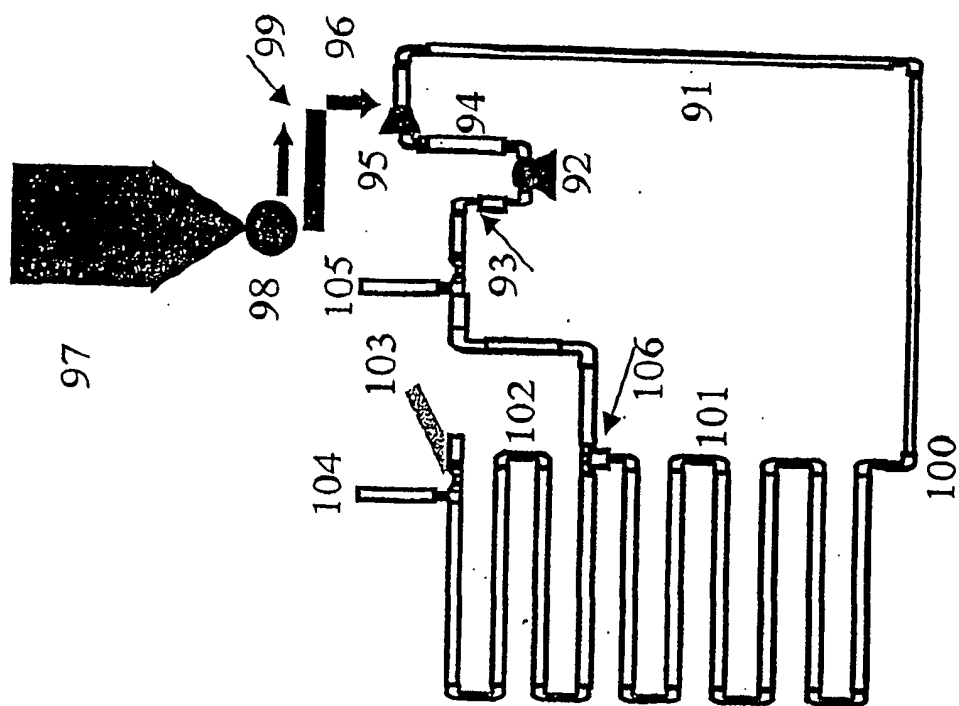


图 12: 添加剂位置

图 13: 浆料罐的消除



13a



136

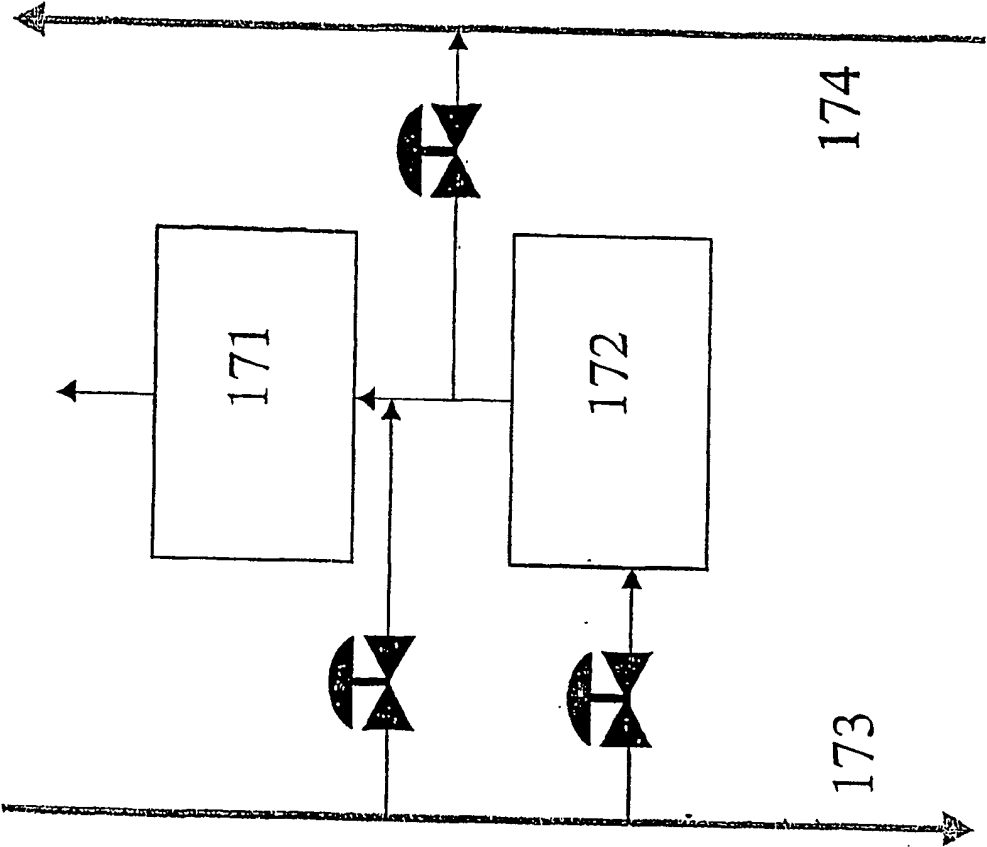


图 14: 子环路泵的消除

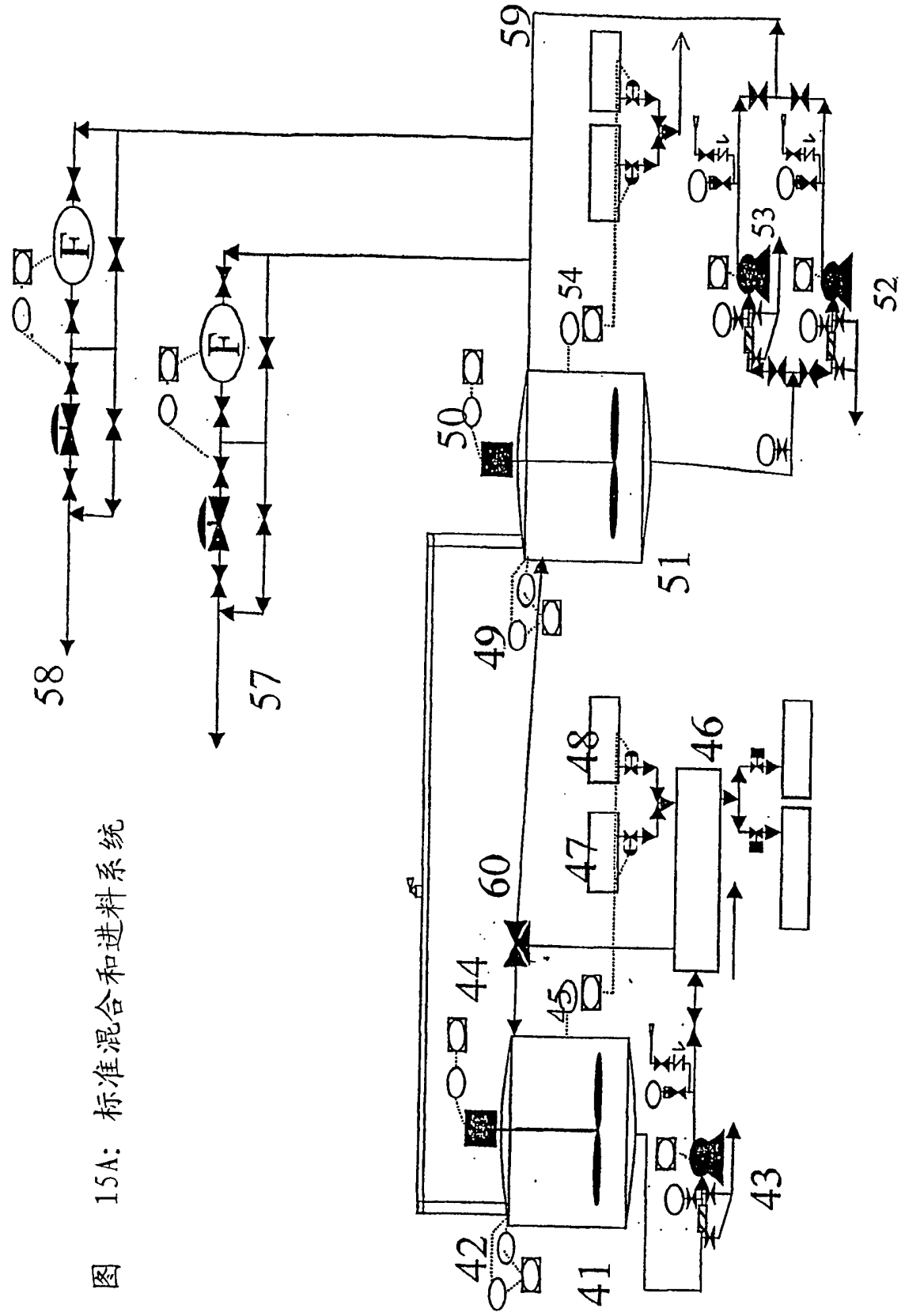


图 15A: 标准混合和进料系统

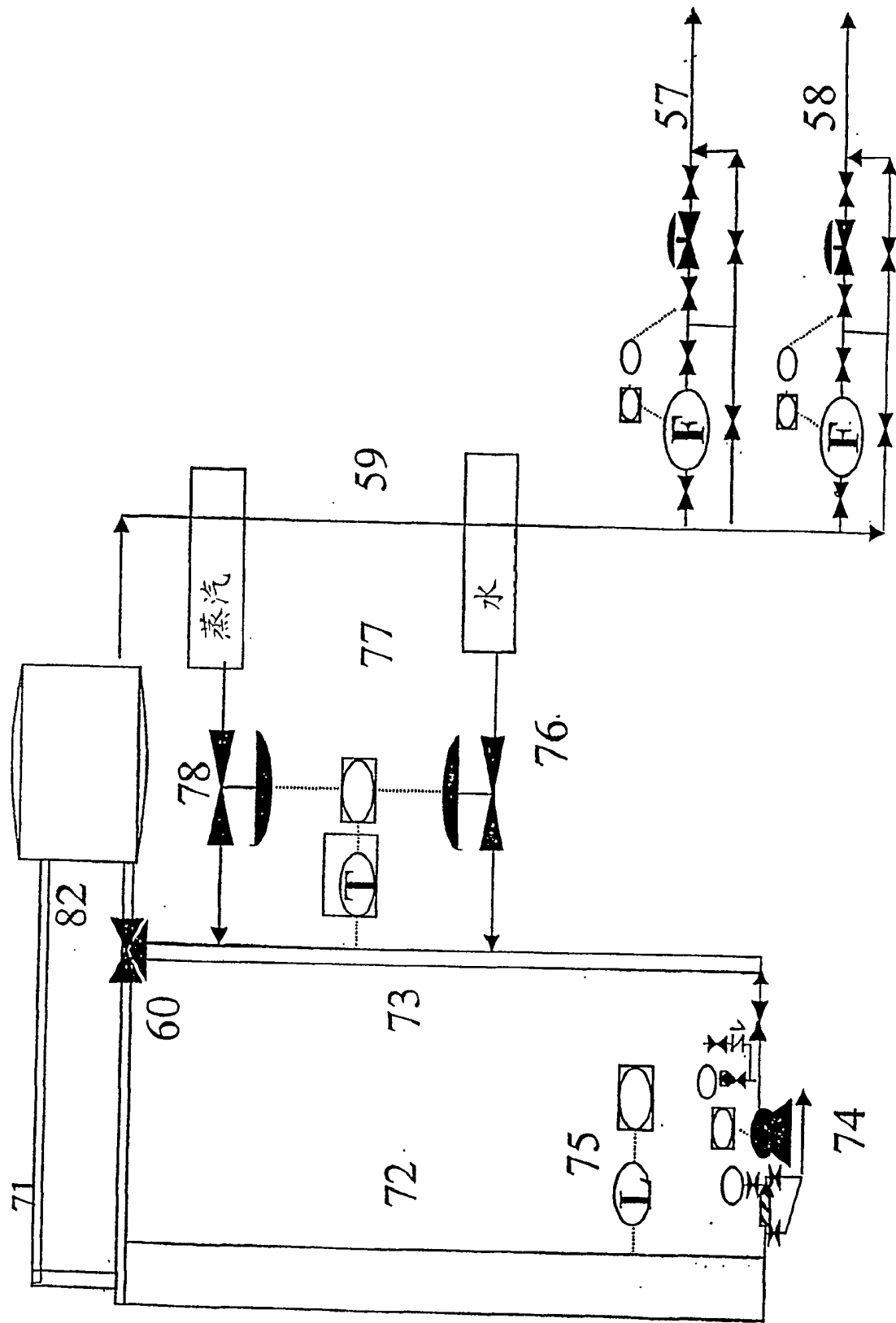


图 15B: 混合和进料系统

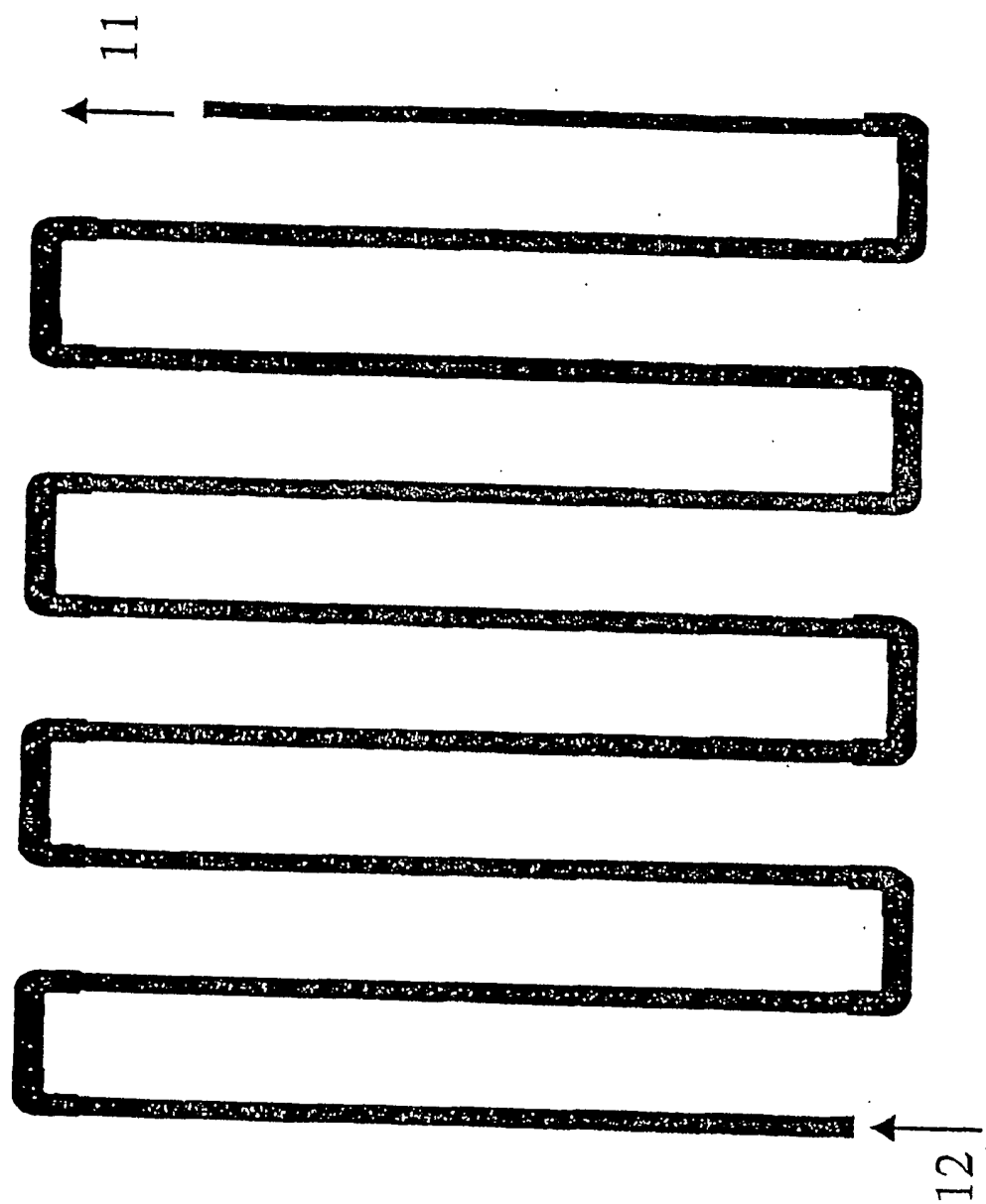


图 16: 变化的低和高压构型: 酯交换或缩聚管式反应器

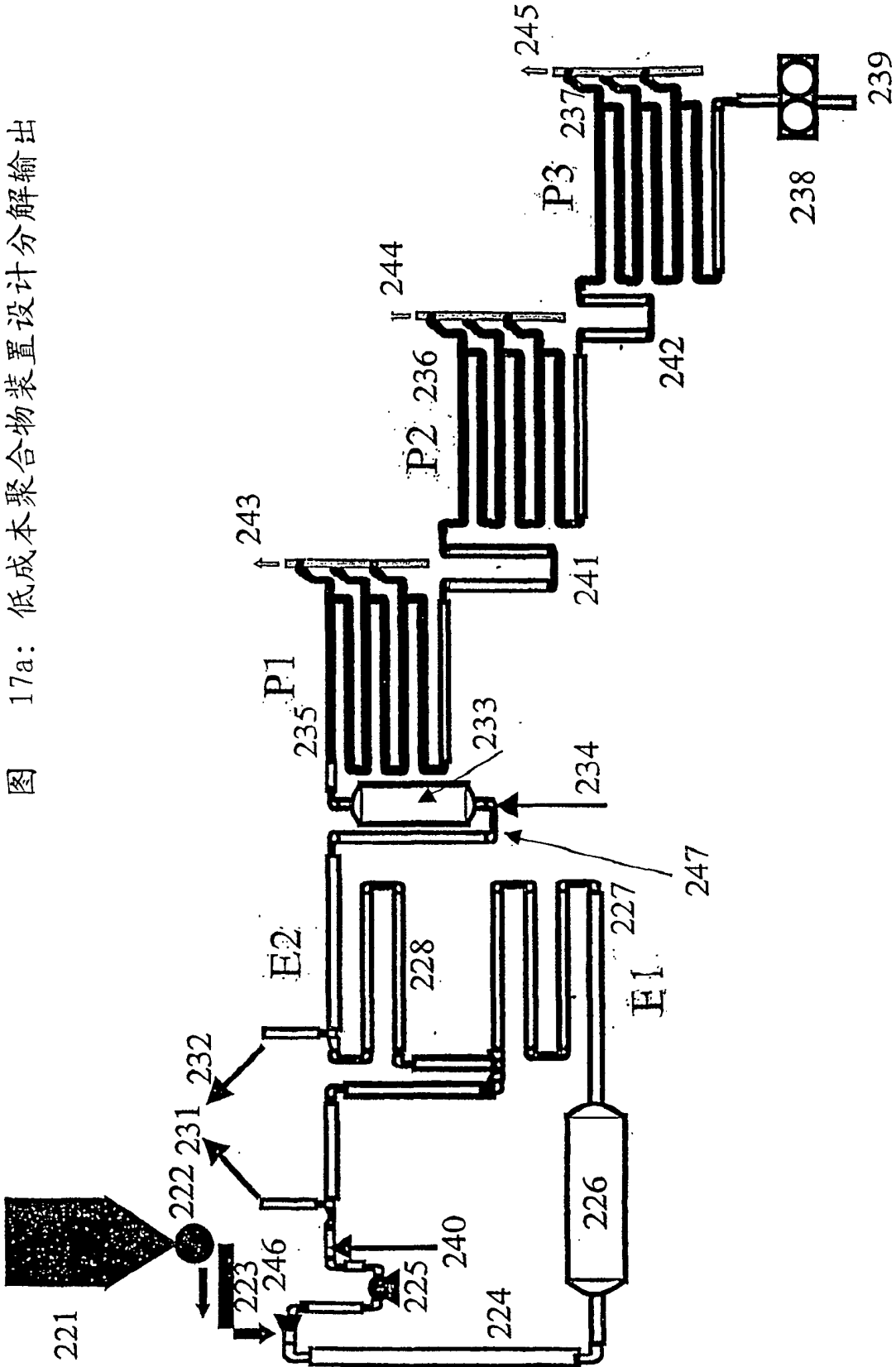


图 17a: 低成本聚合物装置设计分解输出

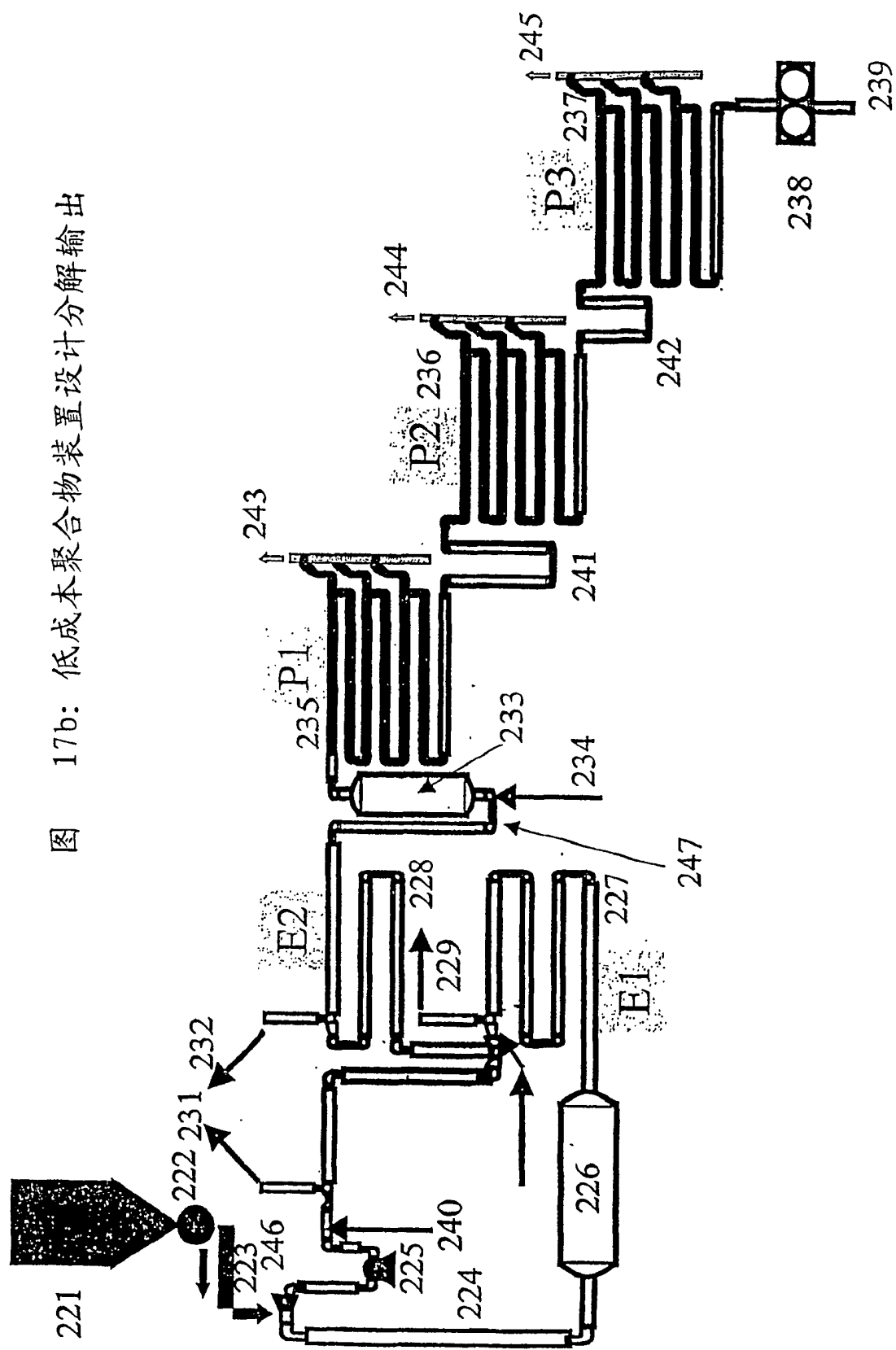


图 17b: 低成本聚合物装置设计分解输出

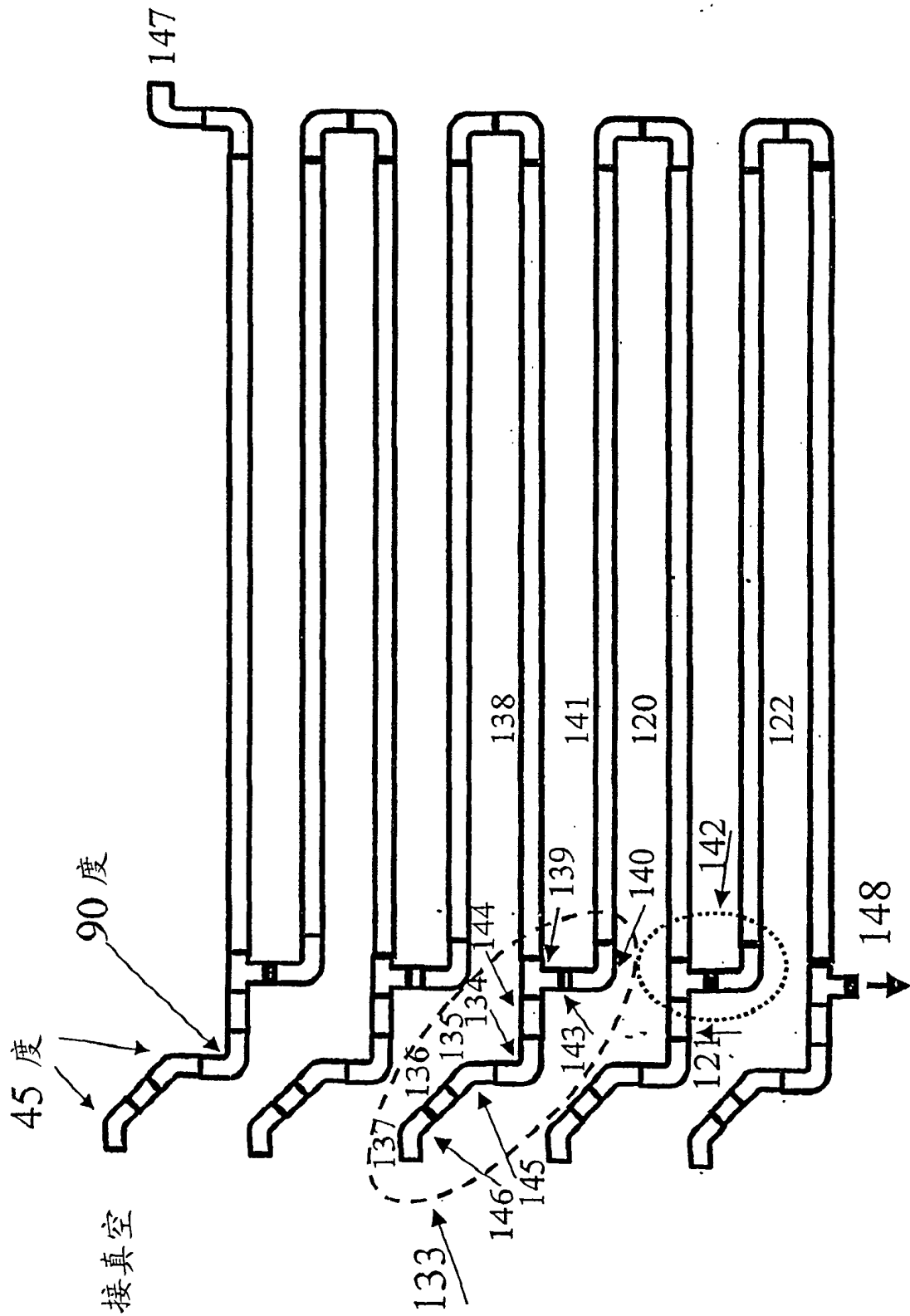


图 18: 缩聚

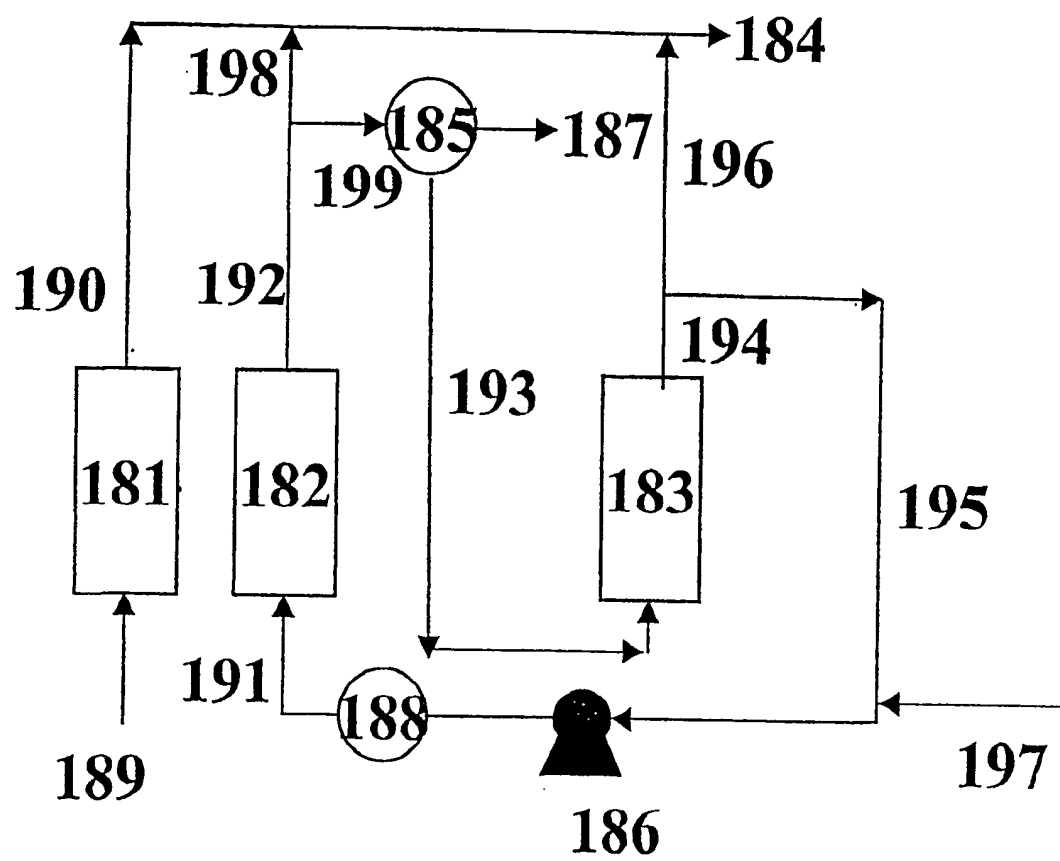


图 19: 用吸附代替精馏

图 20A: 在水平管中两相流的流动状态

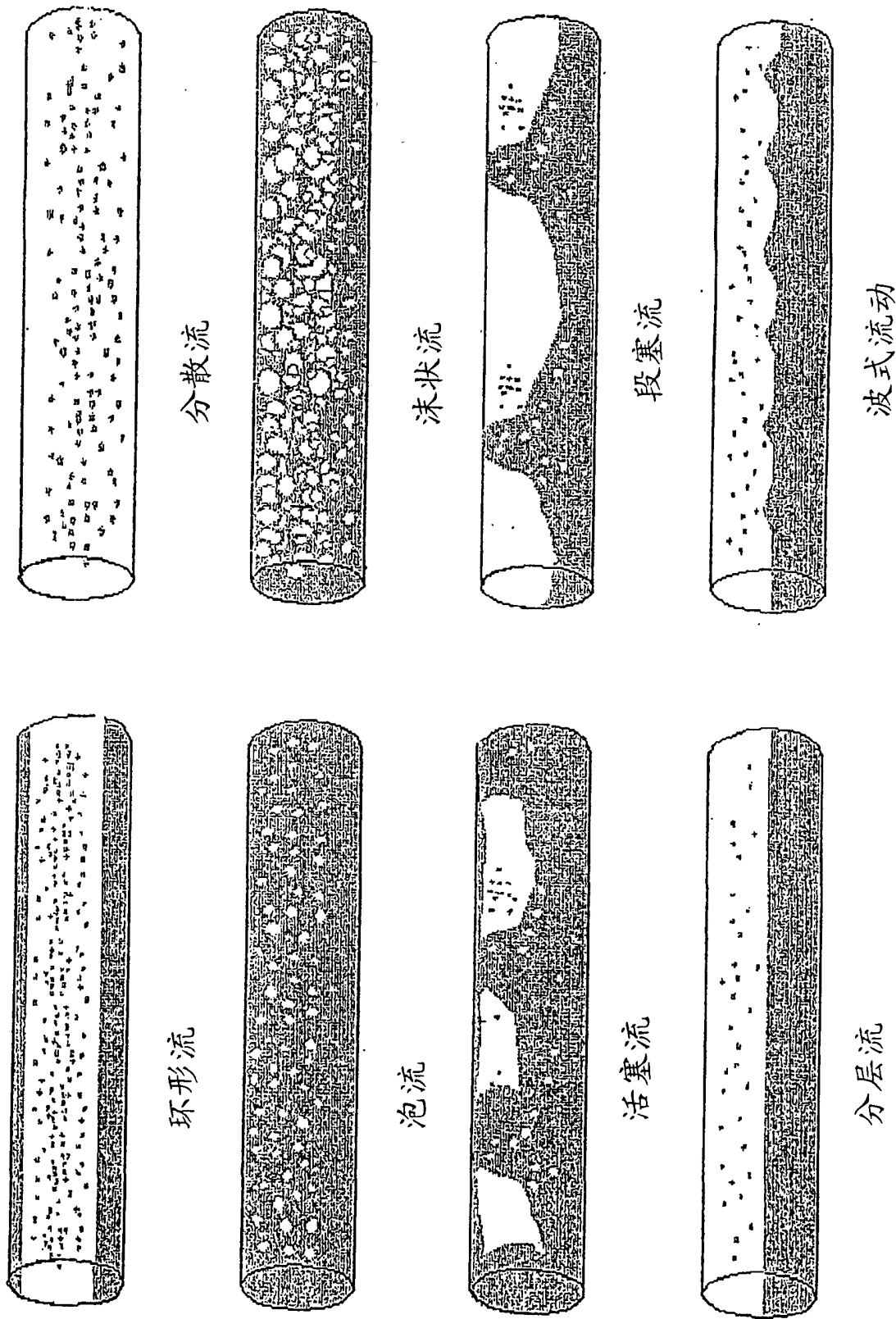
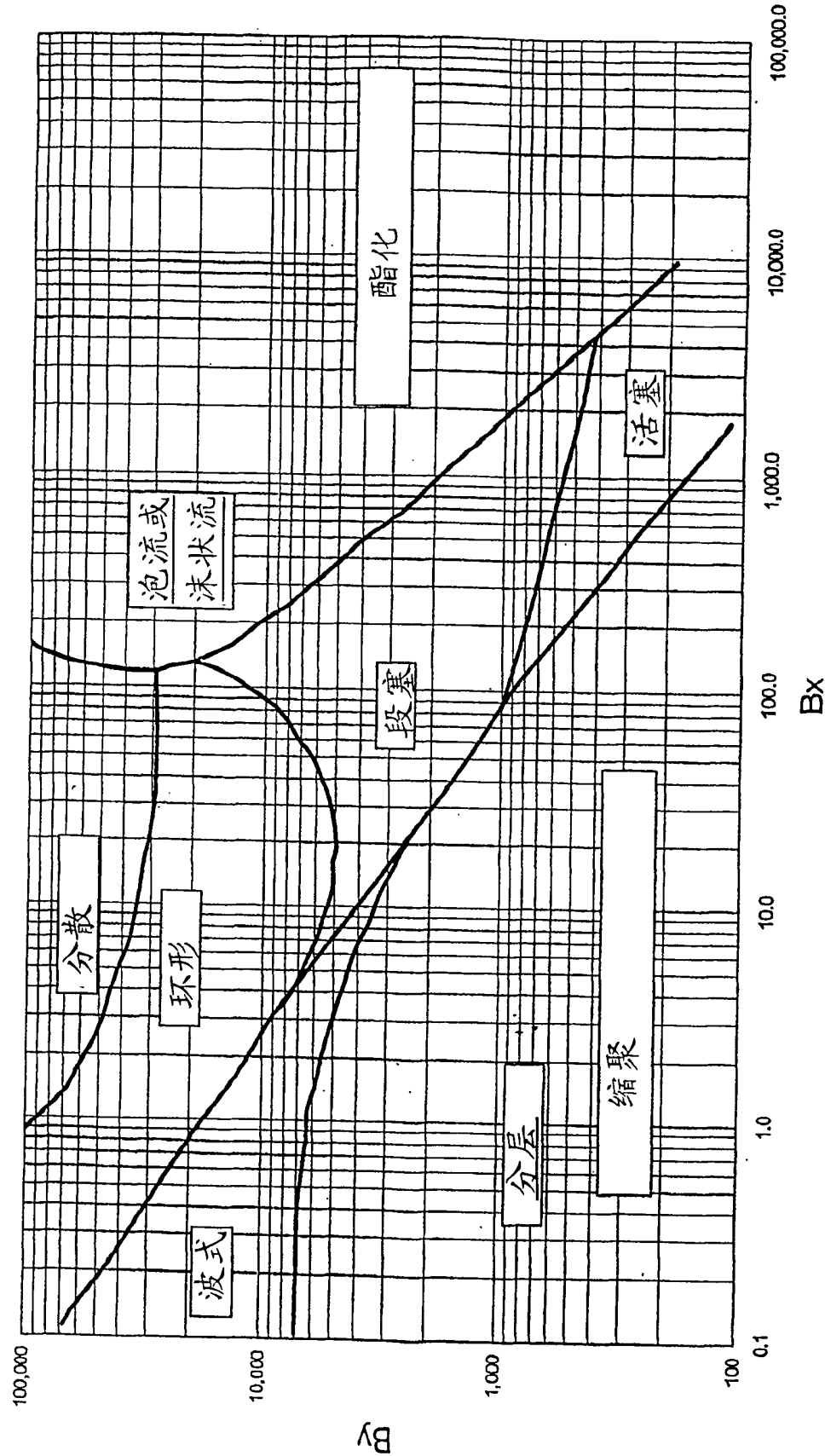


图 20B: 两相流图



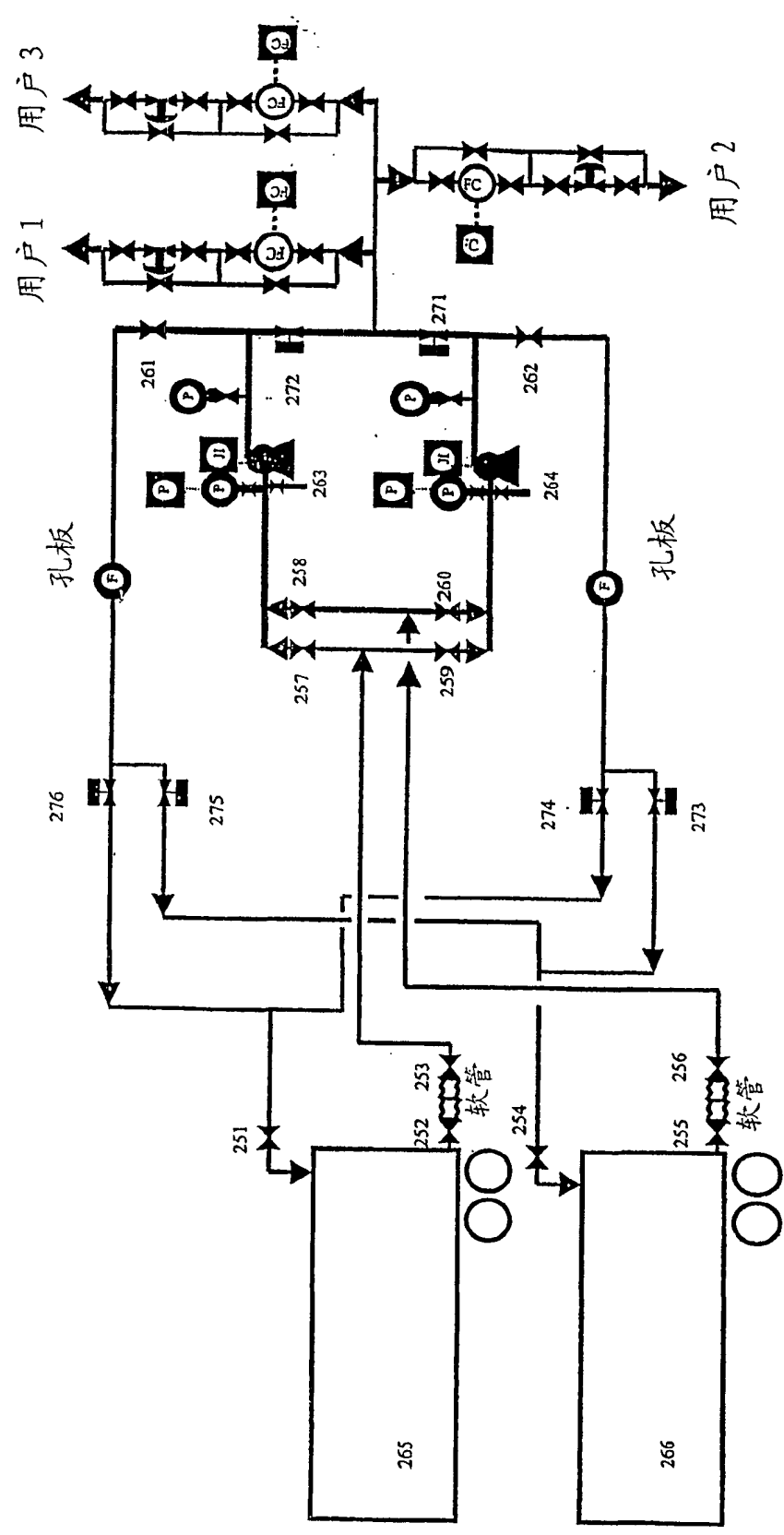


图 21: 不用罐的槽车卸载

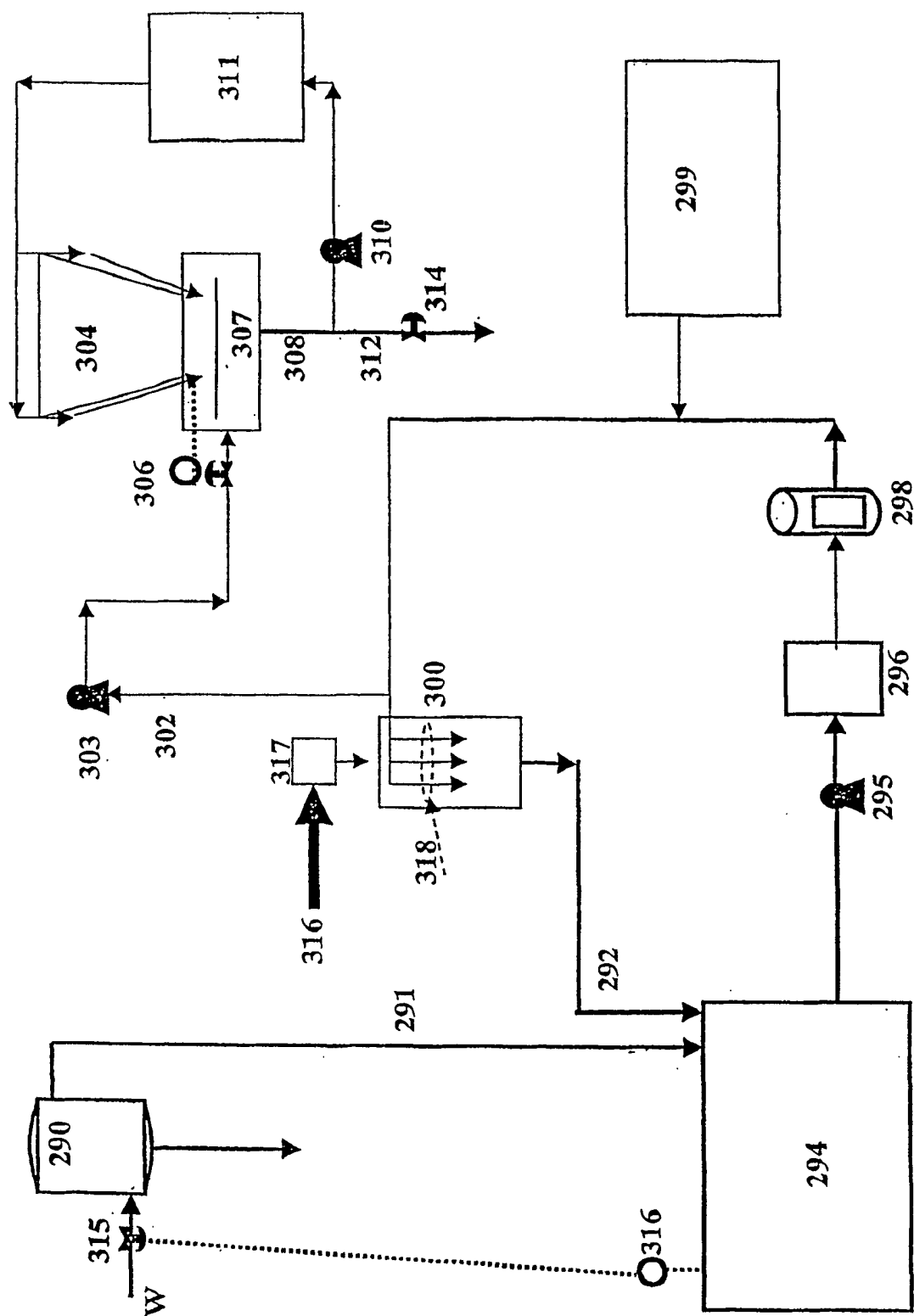


图 22: 结合安全喷淋塔、冷却塔、切粒机水和 HTM 泵冷却器

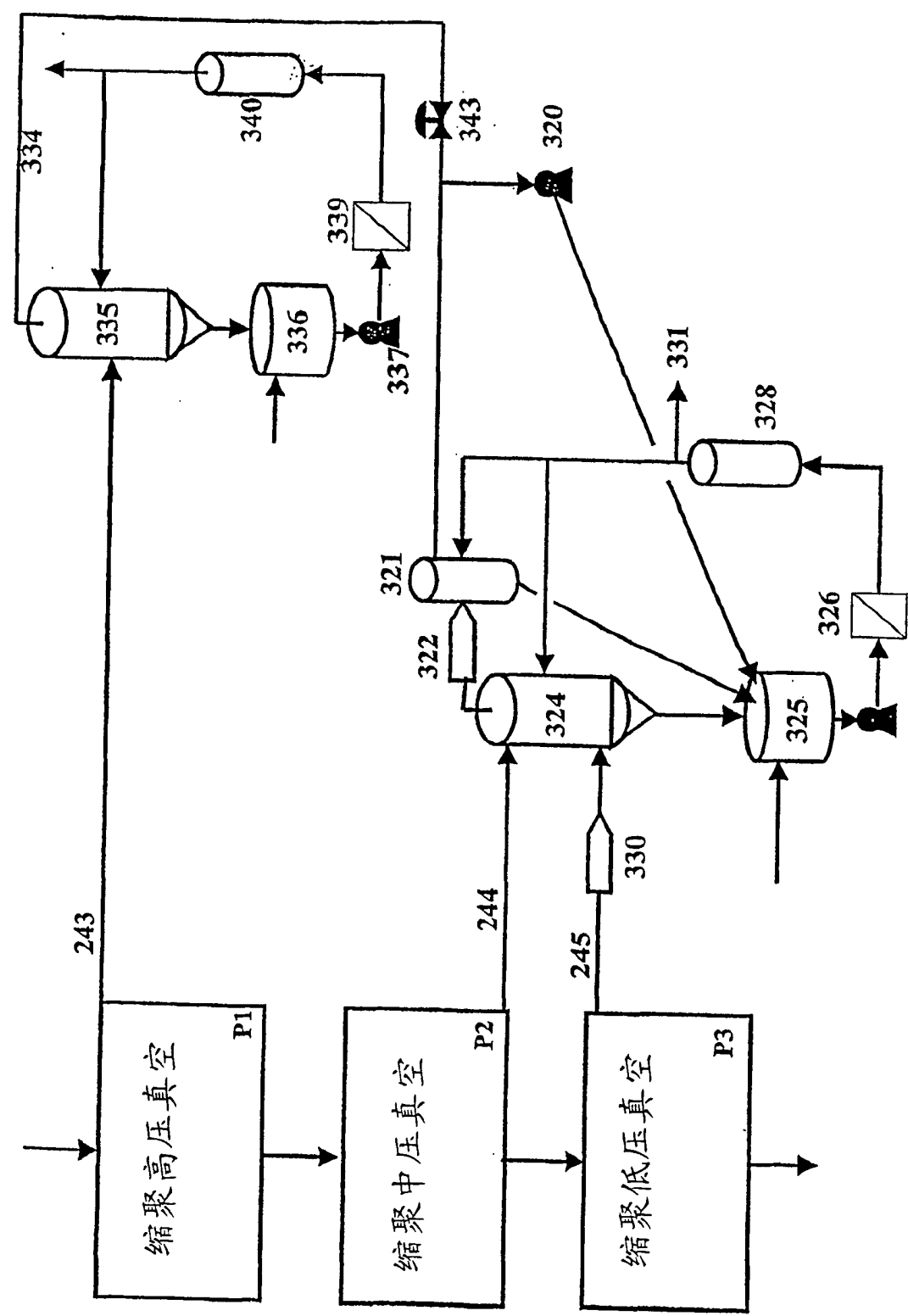


图 23: 减少EG喷射和消除冷却水系统的集成真空系统

图 24: 管式反应器两相流状态

