(19)国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 116808969 A
(43)申请公布日 2023.09.29

(21)申请号 202310602596.1

(22)申请日 2023.05.25

(66)本国优先权数据
202211659912.0 2022.12.22 CN

(71)申请人 新疆天业(集团)有限公司
地址 832000 新疆维吾尔自治区石河子经济技术开发区北三东路36号
申请人 云南正邦科技有限公司

(72)发明人 宋晓玲 王寿元 黄东 孙玉军 熊磊 王志荣 王祖芳 刘天鹤 赵莉 万亚格

(51)Int.Cl.
B01J 19/00(2006.01)

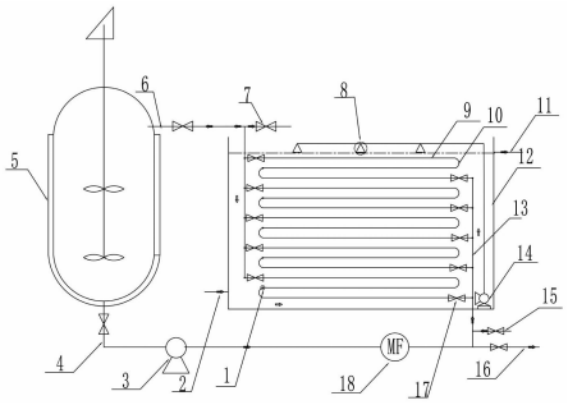
权利要求书2页 说明书10页 附图4页

(54)发明名称

聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置、系统及方法

(57)摘要

本发明公开了聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置、系统及方法，所述装置包括：循环动力装置、计量装置、管式反应装置和温控装置，管式反应装置位于温控装置中，管式反应装置上设有用于与聚合釜下端的出口相连的入口、与聚合釜上端的入口相连的出口，管式反应装置的入口端通过管路与计量装置和循环动力装置相连通，管式反应装置的入口端设有出料口和阀门。本系统将上述的外循环反应装置与聚合釜进行了组合。本方法是利用上述系统的生产方法。本发明使得传统的聚氯乙烯生产反应速率慢、换热难的问题得到了解决，缩短了反应时间，提高了生产效率。



CN 116808969 A

1.一种聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置,其特征在于包括:循环动力装置、计量装置、管式反应装置和温控装置,管式反应装置位于温控装置中,管式反应装置上设有用于与聚合釜下端的出口相连的入口、与聚合釜上端的入口相连的出口,管式反应装置的入口端通过管路与计量装置和循环动力装置相连通,管式反应装置的入口端设有出料口和阀门。

2.根据权利要求1所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置,其特征在于所述的管式反应装置是由管式反应器、螺旋喷嘴组成,螺旋喷嘴位于管式反应器之内且靠近入口端处,管式反应装置为一根或若干根管式反应器通过弯管相互串联而成。

3.根据权利要求1所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置,其特征在于所述的管式反应装置是由管式反应器、螺旋喷嘴、二根总反应管和反应器切换阀及阀门控制件组成,螺旋喷嘴位于管式反应器之内且靠近入口端处,至少二根管式反应器以相互并联的形式设置于二根总反应管之间形成梯子状,反应器切换阀设于每组并联的反应管的入口和出口,每组并联的反应管的入口和出口分别与二根总反应管相连通。

4.根据权利要求1所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置,其特征在于所述的管式反应装置是由管式反应器、螺旋喷嘴、二根总反应管和反应器切换阀及阀门控制件组成,螺旋喷嘴位于管式反应器之内且靠近入口端处,至少二根管式反应器通过弯管串联形成一组管式反应器,至少二组上述的管式反应器以相互并联的形式设置于二根总反应管之间且与总反应管相连通,反应器切换阀设于每组并联的反应管的入口和出口,每组并联的反应管的入口和出口分别与二根总反应管相连通。

5.根据权利要求2至4任一权利要求所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置,其特征在于管式反应器为耐压1～10MPa、内壁镜面抛光的316不锈钢管或者不锈钢螺纹管或者不锈钢翅片管,管式反应装置的入口端、出口端分别设有冲洗口、取样口和阀门,反应器切换阀及阀门控制件为电磁阀和PLC控制柜。

6.根据权利要求5所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置,其特征在于管式反应器的有效传热面积为1～100m^2,管式反应器的直径为10～100mm。

7.根据权利要求6所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置,其特征在于用于连接管式反应器的弯管的曲率半径为管式反应器半径的2～6倍。

8.根据权利要求7所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置,其特征在于循环动力装置和计量装置依次位于管式反应装置的入口端的管路上,循环动力装置为浆料循环泵或者离心泵或者高剪切乳化泵,计量装置为速度流量计或者质量流量计。

9.根据权利要求8所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置,其特征在于管式反应器为直管式或者盘管式,管式反应器垂直或平行于地面设置。

10.根据权利要求9所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置,其特征在于温控装置包括换热槽和潜水泵,潜水泵位于换热槽底部,潜水泵出口端设有喷淋管,喷淋管上设有至少二个喷淋头,所述喷淋头位于换热槽液位上方,管式反应装置浸没于换热槽的液体之中。

11.根据权利要求9所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置,其特征在于温控装置包括换热槽和搅拌装置,搅拌装置位于换热槽底部,管式反应装置浸没于换热槽的液体之中。

12.根据权利要求9所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置,其特征在于温控装置包括风机、换热器和风冷槽,风机的出口端和换热器相连,风冷槽为圆筒形且两端向中心收缩形成风道,换热器的一端与上述的风道相连通,管式反应装置位于风冷槽的中部。

13.根据权利要求1至12任一权利要求所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置构成的系统，其特征在于还包括一聚合釜，聚合釜下端的出口与管式反应装置的入口相连通，聚合釜上端的入口与管式反应装置的出口相连通。

14.一种利用如权利要求1至12任一权利要求所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置构成的聚氯乙烯生产方法，其特征在于还包括一聚合釜，聚合釜下端的出口与管式反应装置的入口相连通，聚合釜上端的入口与管式反应装置的出口相连通，包括以下次序的步骤：

1)先将整个系统装置清洗干净，然后氮气打压、试漏、抽真空；

2)将氯乙烯单体、引发剂、分散剂、软水及聚合助剂分别计量加入到聚合釜内，在搅拌作用下充分混合10～60min，一聚合反应温度由自控模块用于控制整个过程的反应温度且与聚合釜和外循环反应装置相连，外循环反应装置上换热槽的进口和出口的阀门为气动调节阀，聚合反应温度由自控模块控制气动调节阀，聚合反应温度由自控模块控制聚合釜换热达到反应温度50～70℃；

3)将聚合釜内达到反应温度的物料经聚合釜出口调节阀及外循环反应装置的浆料循环泵以反应流速5～15kg/min送往外循环反应装置进行换热及反应，在外循环反应装置循环一周后继续流回聚合釜;往复多个周期；

4)控制聚合釜引发剂的补充滴加速度0～100g/min，确保聚合釜及外循环反应装置传热量与聚合反应放热量相等，使反应平稳进行，反应釜压降达到0.01～0.30MPa时，反应物料进入出料系统。

15.根据权利要求14所述的方法，其特征在于外循环反应装置上反应器切换阀及阀门控制件为电磁阀和PLC控制柜且与聚合反应温度由自控模块相连。

16.根据权利要求14或15所述的方法，其特征在于所述的引发剂为高效

引发剂，其技术指标为:50～70℃时其半衰期为0.01～1h，活性氧含量为3-20％，

引发剂由一种或一种以上高效引发剂复配组成，引发剂配制浓度为0.01-10％。

聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置、系统及方法

技术领域

[0001] 本发明涉及聚合反应生产技术领域，特别涉及聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置、系统及方法。

背景技术

[0002] 聚合釜是目前制备高分子化合物的主要设备之一，常见的聚合釜一般是立式圆柱形高压聚合釜，其外部设有连通内部的夹套，以便通入蒸汽加热。聚合釜的外壁常用碳钢制成，内衬不锈钢，也可以内衬搪瓷。聚合釜上可以设置上料口和产品出口，待聚合反应的原料可以从上料口加入聚合釜内，反应后产品可以从产品出口排出。为了保持较好的反应效果，原料聚合反应时，需要处于压力、温度范围恒定的环境当中，因此，需要使聚合釜内的压力和温度保持稳定。然而，原料聚合反应时，会产生大量热量，原料温度升高，从而提升聚合釜内的压力和温度，影响聚合釜内聚合反应的正常进行。

[0003] 在现有技术中，反应釜的冷却系统主要通过其釜体外壳与内壁间的夹层来达到灌流冷却液降温的目的。这种构造存在以下不足：由于反应釜的夹层间隙一般在3-5cm，冷却液的流量有限，对于放热量大的化学反应，流经反应釜夹层的冷却液不能及时将反应釜内的热量散发出去，使反应釜内的反应环境达不到工艺要求，限制了反应速度和生产效率，相应增加了反应时间、人力物力及能耗等生产成本。

[0004] 公开号为CN101113184A的专利文献，公开了一种超高分子量聚乙烯聚合过程中的撤热方法，即气体外循环方法，虽然解决了聚合反应过程中的撤热问题，但该方法仍存在超高分子量聚乙烯容易“粘釜”的问题，易使管壳式换热器发生堵塞，进而导致换热效率不高，并且管壳式换热器维护极其麻烦。公开号为CN1796420的专利文献，公开了一种聚乙烯淤浆外循环生产装置，该生产装置通过使聚合反应器内的浆液由底部抽出，经浆液冷却泵打至浆液冷却器内，冷却后返至聚合反应器。浆液在聚合反应器外循环冷却撤热，增加了换热面积，移出反应过程的一部分聚合反应热。然而该装置中所采用的冷却器为普通管壳式换热器，因而在实际的生产过程中其冷却撤热效果并不理想，且经常发生堵塞。公开号为CN113941296A的专利文献，公开了一种外循环反应器及聚合反应的撤热方法，该方法外循环反应器管径过粗且长度较短，反应器中心的物料温度无法控制，不能有效带走反应热。

[0005] 目前采用外循环装置生产聚氯乙烯的工艺方法未见诸报道。类似报道如申请公布号CN102336853A公开了一种小型釜悬浮法聚氯乙烯生产方法，其采用EHP(过氧化二碳酸～二乙基己酯)，活性高，反应放热均匀，粘釜轻。并在此基础上采用复合引发剂，充分利用釜的换热能力，使反应速度应尽可能均匀，避免后期反应速度加快以保证聚合反应热能及时移出，缩短聚合时间。采用不同醇解度二元PVA(聚乙烯醇)复合体系和HPMC(羟丙基甲基纤维素)+PVA多元复合体系。采用二次注水技术降低了物料的黏度，提高了聚合釜移热能力，从而提高PVC产品质量；缩短聚合反应时间，降低物料的粘釜程度，减少了聚合釜清釜时间，而且可预先以较小的水油比装釜，这都提高了生产能力。但是此工艺方法反应时间较长，在320分钟以上。如申请公布号CN102002156A公开了一种多釜串联式连续法生产聚氧化乙烯

的工艺，该工艺包括以下步骤：(1)将催化剂、催化剂溶剂连续通入预分散釜，进行预分散并冷却，保持预分散釜内温度在4～6℃；(2)将环氧乙烷、溶剂连续通入混合釜，进行稀释并冷却，保持混合釜内温度在4～6℃；(3)将步骤(1)得到的预分散釜内的流体和步骤(2)得到的混合釜内的流体通入第1段聚合釜进行聚合引发；然后通入第2段聚合釜反应；再通入第3段聚合釜反应；(4)将步骤(3)中第3段聚合釜得到的物料通入碰聚釜，进行后处理得到产品。此工艺是溶剂法聚合不适合悬浮法氯乙烯聚合反应，因悬浮法反应体系易粘结产生塑化片，树脂转化率增高后易堵塞管线，影响体系连续运行。如授权公告号CN102101898B公开了一种连续制备聚合物的方法及其装置，该反应装置由至少一个全混合型反应器和至少一个塔式反应器串联而成，将乙烯基单体中溶解的氧质量含量降至1-3ppm；加入全混型反应器中，聚合温度130-150℃，加入乙烯基单体质量5％的惰性溶剂，连续控制聚合转化率为35-60％；将获得的反应混合物送入塔式反应器中，反应温度140-160℃，控制聚合最终转化率为55-90％；将获得的聚合物混合物送至闪蒸脱挥釜中，除去挥发性物质，再经切粒机切粒制成模塑料产品。此工艺是溶剂法聚合不适合悬浮法聚合反应，因悬浮法反应体系易粘结产生塑化片，树脂转化率增高后易堵塞管线，影响体系连续运行。

发明内容

[0006] 本发明旨在解决已有技术存在温度控制效果差、有效传热面积小、反应速率慢、生产效率低、分散性差、容易阻塞和产品质量差的问题，进而提供一种结构简单、温度控制精确、有效传热面积大、反应速率快、生产效率高、分散性好、不易阻塞、产品质量高和成本低的一种聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置。

[0007] 本发明旨在解决的另一现有技术存在的换热面积小、釜的利用率低、生产效率低的问题。

[0008] 本发明旨在解决已有悬浮法聚氯乙烯生产技术存在换热难、反应时间长的问题，进而设计出一种聚氯乙烯聚合釜外循环反应装置及其生产方法，此工艺有效结合了聚合釜分散性好和管式反应器有效换热面积大的优点，有效解决了大型聚合釜换热的难题，适合将传统的聚合釜变成聚合釜与外循环换热器串联进行聚合反应，使得传统的聚氯乙烯生产反应速率慢，反应过程中反应热不能有效置换导致的生产效率低的问题得到有效的解决。缩短了反应时间，提高了生产效率。

[0009] 所述的一种聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置、系统及方法，其聚合釜内的物料在反应过程中，部分物料会被浆料循环泵抽送至釜外循环反应装置进行控温反应，再回归至聚合釜内继续参与聚合反应。则聚合釜内物料反应而放热时，热量不会集中在聚合釜内，而是被部分物料持续循环地带入釜外循环反应装置内进行换热及反应，则聚合釜内的温度可以得到有效控制，相应地，聚合釜内的压力也可以得到有效控制。由此可见，该聚合釜体外循环反应装置可以将聚合釜内的温度和压力控制在一定的范围内，使物料聚合反应可以正常进行。且抽料口和回料口分别设置于釜底和釜体的上部，则浆料循环泵易于抽取物料，而换热反应后的物料自釜体上部沿釜壁按搅拌方向切向进入，也易于均匀与其他聚合物料混合，获得较好的聚合反应效果。

[0010] 在此基础上，该方法还包括控制器。与釜外循环反应装置相连通的换热介质管道中可以设置自控调节阀，通过调整阀的开度调节换热介质的流量。浆料循环泵可以具有排

量控制端，比如旋钮，通过调节排量控制端，可以控制浆料循环泵的排量。控制器可以连接温度传感器、压力传感器、开度控制阀，以及浆料循环泵的排量控制端。则控制器可以根据聚合釜内的温度、压力参数控制开度控制阀的开度以及浆料循环泵的排量。比如，经釜外循环反应装置换热反应后，控制器判断聚合釜内的压力和温度仍过高(可以设定温度和压力值的合理区间，并存储于控制器内)时，可以控制开度控制阀开度增加，以加大换热介质流量；并控制排量控制端以增大浆料循环泵的排量，即单位时间内抽取更多的物料并输送至釜外循环反应装置内，则通过双重调节，可以加快对物料的控温处理，确保聚合釜内的温度和压力适中，满足聚合反应的需要；反之，温度和压力较低时，则可以减小浆料循环泵排量和冷却介质流量，降低整个系统的能耗，节省能源。可见，该种方式实现了自动化控制，控制精度高，能够提高工作效率。

[0011] 本发明为解决已有的技术存在的问题所采用的技术方案是：

[0012] 一种聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置，包括：循环动力装置、计量装置、管式反应装置和温控装置，管式反应装置位于温控装置中，管式反应装置上设有用于与聚合釜下端的出口相连的入口、与聚合釜上端的入口相连的出口，管式反应装置的入口端通过管路与计量装置和循环动力装置相连通，管式反应装置的入口端设有出料口和阀门。

[0013] 所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置，所述的管式反应装置是由管式反应器、螺旋喷嘴组成，螺旋喷嘴位于管式反应器之内且靠近入口端处，管式反应装置为一根或若干根管式反应器通过弯管相互串联而成。采用管式反应器换热面积大，在上述螺旋喷嘴的配合下管线中心热更容易移出，温度控制更加精确，液体或者浆料通过与连续变小的螺旋面相切和碰撞后，变成细小的液珠喷出而形成雾状，提高了分散性，喷嘴腔体内从进口至出口的流线型设计使得阻力系数降至最低，最大程度地减少了堵塞情况的发生。串联结构提高了换热面积，且结构简单，便于制作、安装、维护。

[0014] 所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置，所述的管式反应装置是由管式反应器、螺旋喷嘴、二根总反应管和反应器切换阀及阀门控制件组成，螺旋喷嘴位于管式反应器之内且靠近入口端处，至少二根管式反应器以相互并联的形式设置于二根总反应管之间形成梯子状，反应器切换阀设于每组并联的反应管之间的总反应管上，每组并联的反应管的入口和出口分别与二根总反应管相连通。并列的、梯子状的反应管，进一步提高了换热面积，减少了每一路的长度，有效防止了阻塞和便于维护。

[0015] 所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置，所述的管式反应装置是由管式反应器、螺旋喷嘴、二根总反应管和反应器切换阀及阀门控制件组成，螺旋喷嘴位于管式反应器之内且靠近入口端处，至少二根管式反应器通过弯管串联形成一组管式反应器，至少二组上述的管式反应器以相互并联的形式设置于二根总反应管之间且与总反应管相连通，反应器切换阀设于每组并联的反应管之间的总反应管上，每组并联的反应管的入口和出口分别与二根总反应管相连通。成组并列的反应管更进一步的提高了换热面积，减少了每一路的长度，有效防止了阻塞。

[0016] 所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置，管式反应器为耐压1～10MPa、内壁镜面抛光的316不锈钢管或者不锈钢螺纹管或者不锈钢翅片管，管式反应装置的入口端、出口端分别设有冲洗口、取样口和阀门，反应器切换阀及阀门控制件为电磁阀和PLC控制柜。该方案使物料能在管内反应且不易堵塞，使用普通管子且内壁不光滑，根据聚氯乙烯的反应

特性，管子承受不住反应压力且内壁会产生严重的“粘釜”现象，影响换热。螺纹管拥有螺纹状的壁面结构、较大的比表面积，有利于离心流、涡旋流等二次流的形成，可以提高管内流体的湍流程度。同时，螺旋的壁面结构还可以促进近壁面流体与中心流体的混合，有利于热量的传递，使径向温度分布更加均匀。此外，螺纹管还具有内部结构简单、制造工艺成熟、设备投资成本低、可控性高等优点。该方案可以提高换热效率，在反应管的表面通过加翅片，增大换热管的外表面积，从而达到提高换热效率的目的。上述的冲洗口、取样口便于清洗管式反应器内的污垢，提高流动性和传热性。电磁阀和PLC控制柜可以实现自动化控制，控温效果更精确。

[0017] 所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置，管式反应器的有效传热面积为1～100m^2，管式反应器的直径为10～100mm。该方案提升了物料有效换热面积，保证物料充分换热。

[0018] 所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置，用于连接管式反应器的弯管的曲率半径为管式反应器半径的2～6倍，保证了管子局部压力损失和摩擦阻力均最小，有利于防止堵塞情况发生。

[0019] 所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置，循环动力装置和计量装置依次位于管式反应装置的入口端的管路上，循环动力装置为浆料循环泵或者离心泵或者高剪切乳化泵，计量装置为速度流量计或者质量流量计。循环动力装置一方面可以给循环系统提供动力，另一方面可以提高物料的分散性；计量装置可以检测物料循环的速度或者流量，有利于循环体系的传热效率、反应速率和产品质量等的过程控制。

[0020] 所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置，管式反应器为直管式或者盘管式，管式反应器垂直或平行于地面设置。直管式便于制作和安装，盘管式换热面积大、占用空间小。

[0021] 所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置，温控装置包括换热槽和潜水泵，潜水泵位于换热槽底部，潜水泵出口端设有喷淋管，喷淋管上设有至少二个喷淋头，所述喷淋头位于换热槽液位上方，管式反应装置浸没于换热槽的液体之中。潜水泵使换热槽内溶液充分流动，温差小，提升温控准确率，还有利于散热，喷头可以进一步提高散热效率，换热槽便于安装、制作和维护，降低了成本。管式反应器和换热槽是可拆卸的，能够及时清理换热槽内和反应器上的结垢物，保证聚合换热效率高效，可以有效缩短反应周期。

[0022] 所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置，温控装置包括换热槽和搅拌装置，搅拌装置位于换热槽底部，管式反应装置浸没于换热槽的液体之中。搅拌装置同样使换热槽内循环水充分流动。

[0023] 所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置，温控装置包括风机、换热器和风冷槽，风机的出口端和换热器相连，风冷槽为圆筒形且两端向中心收缩形成风道，换热器的一端与上述的风道相连通，管式反应装置位于风冷槽的中部。该方案可使风冷代替水冷，减少了水污染，适合于水资源稀缺的地区。

[0024] 本发明为解决已有的反应釜存在的问题所采用的技术方案是：

[0025] 所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置构成的系统，它还包括一聚合釜，聚合釜下端的出口与管式反应装置的入口相连通，聚合釜上端的入口与管式反应装置的出口相连通。

[0026] 本发明所述的一种生产聚氯乙烯的方法，还包括一聚合釜，聚合釜下端的出口与管式反应装置的入口相连通，聚合釜上端的入口与管式反应装置的出口相连通，即聚合釜与外循环反应装置串联，包括以下次序步骤：

[0027] 1)先将整个系统装置清洗干净，然后氮气打压、试漏、抽真空；

[0028] 2)将氯乙烯单体、引发剂、分散剂、软水及聚合助剂分别计量加入到聚合釜内，在搅拌作用下充分混合10～60min，一聚合反应温度由自控模块用于控制整个过程的反应温度且与聚合釜和外循环反应装置相连，外循环反应装置上换热槽的进口和出口的阀门为气动调节阀，聚合反应温度由自控模块控制气动调节阀，聚合反应温度由自控模块控制聚合釜换热达到反应温度50～70℃；

[0029] 3)将聚合釜内达到反应温度的物料经聚合釜出口调节阀及外循环反应装置的浆料循环泵以反应流速5～15kg/min送往外循环反应装置进行换热及反应，在外循环反应装置循环一周后继续流回聚合釜;往复多个周期；

[0030] 4)控制聚合釜引发剂的补充滴加速度0～100g/min，确保聚合釜及外循环反应装置传热量与聚合反应放热量相等，使反应平稳进行，反应釜压降达到0.01～0.30MPa时，反应物料进入出料系统。

[0031] 所述的外循环反应装置上反应器切换阀及阀门控制件为电磁阀和PLC控制柜且与聚合反应温度由自控模块相连。该方案可以实现反应过程中温度的自控。

[0032] 所述的引发剂为高效引发剂，其技术指标为:50～70℃时其半衰期为0.01～1h，活性氧含量为3-20％，引发剂由一种或一种以上高效引发剂复配组成，引发剂配制浓度为0.01-10％。能够使聚合反应迅速加剧，大大缩短了传统的聚氯乙烯树脂聚合反应时间，增大了生产效率，提高产量。高效引发剂浓度太高，会使聚合反应过于剧烈，反应热来不及移走，容易造成爆聚，不利于反应的控制。

[0033] 可以使用一种或多种适合的溶剂稀释引发剂。优选这类溶剂在聚合过程之后后处理聚合物的步骤中易于除去，例如醇，或者它们具有的性质使得可接受它们作为最终聚合物中的残留物留下，如溶剂，为最终树脂所需的增塑剂的情形。此外，还可能有利但不必需的是，这类溶剂不会不利地影响溶于其中的引发剂的热稳定性，这可以通过分析所述溶剂中的引发剂的半衰期温度而验证，这类溶剂的实例是异十二烷。如果加入引发剂分散体，则该分散体可以是引发剂本身或引发剂溶液，优选分散体是水分散体。较稀的引发剂溶液或分散体确保引发剂和聚合混合物的快速混合，这导致更有效地使用引发剂，这对于使用的快速引发剂而言是重要的。

[0034] 根据发明中的设备和方法，通过降低聚合釜中的引发剂的滴加速度可以使聚合反应热量减少，反之，在聚合釜的控制温度降低时，可以增大引发剂的滴加速度，加剧聚合反应放热量，加快聚合反应速度，使聚合反应温度平稳进行。

[0035] 本发明具有如下优点：

[0036] 因为本发明的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置与现有技术相比采用了管式反应装置，提高了换热面积，进而提高了反应速率，提高了生产效率，特别是在螺旋喷头的配合下以及采用并联、串联的组合方式解决了已有技术中环管式冷凝器长度与控温、换热面积矛盾的问题。其次，本发明增加了温控装置和计量装置。该温控装置提高了温度控制精确度、提高了反应速率、提高了生产效率、提高了产品质量和降低了成本，计量装置可以检测

物料循环的速度或者流量，有利于循环体系的传热效率、反应速率和产品质量等的过程控制。本发明作为整体来考虑，循环动力装置、计量装置、管式反应装置和温控装置进行了有机的组合，进而解决了已有技术存在温度控制效果差、有效传热面积小、反应速率慢、生产效率低、分散性差、容易阻塞和产品质量差的问题。

[0037] 本发明的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置的系统，将传统的聚合釜和管式反应装置的优点进行了组合，使得传统的聚氯乙烯生产反应速率慢，反应过程中反应热不能有效置换导致的生产效率低得到有效的解决，缩短了反应时间，提高了生产效率，有利于产量最大化。

[0038] 本发明的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置构成的方法，采用高效引发剂进行连续聚合，缩短了聚合反应时间，大大提高了生产效率；聚合反应温度自控模块将釜内温度和外循环反应装置温度进行连锁，提高了温度自控的精准性；聚合釜分散性好和管式反应器有效换热面积大的优点，提高了物料分散性使反应器不易堵塞，提高了反应效率，增加了产量。

附图说明

[0039] 图1是本发明聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置实施例1的结构示意图。

[0040] 图2是本发明聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置实施例2的结构示意图。

[0041] 图3是本发明聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置实施例3的结构示意图。

[0042] 图4是本发明聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置实施例4的结构示意图。

[0043] 图5是本发明聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置实施例5的结构示意图。

[0044] 图6是本发明聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置实施例6的结构示意图。

[0045] 图7是本发明方法实施例9的工艺流程图。

[0046] 图中，螺旋喷嘴1，换热槽进口2，浆料循环泵3，出口4，聚合釜5，入口6，取样口7，喷淋头8，管式反应器9，弯管10，换热槽出口11，换热槽12，总反应管13，潜水泵14，冲洗口15，出料口16，反应器切换阀17，质量流量计18，风冷槽19，换热器20，风机21，单体和引发剂加入口22，分散剂和软水加入口23，聚合反应温度自控模块24。

[0047] 下面结合附图对本发明作进一步说明，但本发明不受其限制。

具体实施方式

[0048] 实施例1

[0049] 参照附图1，本发明所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置，它包括：循环动力装置、计量装置、管式反应装置和温控装置，管式反应装置位于温控装置中，管式反应装置上设有用于与聚合釜5下端的出口4相连的入口、与聚合釜上端的入口6相连的出口；上述的循环动力装置为浆料循环泵3，上述的计量装置为质量流量计18；所述的管式反应装置是由管式反应器9、螺旋喷嘴1、二根总反应管13和反应器切换阀17及阀门控制件组成，螺旋喷嘴位于管式反应器之内且靠近入口端处，上述的管式反应器为直管式，耐压10MPa、内壁镜面抛光的316不锈钢管，有效传热面积为10m^2，直径为50mm，三根管式反应器通过弯管10串联形成一组管式反应器，五组上述的管式反应器以相互并联、平行于地面的形式设置于二根总反应管之间且与总反应管相连通，反应器切换阀设于每组并联的反应管的入口和出口，

每组并联的反应管的入口和出口分别与二根总反应管相连通，反应器切换阀及阀门控制件为电磁阀和PLC控制柜，弯管的曲率半径为管式反应器半径的4倍；总反应管的入口端通过连接管路依次与质量流量计和浆料循环泵相连通，浆料循环泵与聚合釜下端的出口相连通，总反应管的出口端与聚合釜上端的入口相连通，总反应管上设有冲洗口15和取样口7；上述的连接管路分出形成了聚合釜出料管路的出料口16；上述温控装置包括换热槽12和潜水泵14，换热槽上设有进口2和出口11，换热槽的换热介质可以是水或者油等液体，潜水泵位于换热槽底部，潜水泵出口端设有喷淋管，喷淋管上设有三个喷淋头8，所述喷淋头位于换热槽液位上方，管式反应装置浸没于换热槽的液体之中。

[0050] 上述实施例中，每组的管式反应器可以由二根、五根或七根通过弯管串联而成，并联的组数可以为二组、三组、七组或十组。上述数据的选择与聚合釜大小、传热能力和换热槽的大小有关。反应器切换阀17及阀门控制件为现有的阀门和快捷扳手。

[0051] 实施例2

[0052] 参照附图2，实施例2与实施例1的不同之处在于：管式反应装置为15根管式反应器通过弯管相互串联而成，上述的管式反应器为耐压1MPa、内壁镜面抛光的316不锈钢螺纹管，有效传热面积为10m^2，直径为10mm。

[0053] 实施例3

[0054] 参照附图3，实施例3与实施例1的不同之处在于：管式反应装置中的管式反应器盘管式且垂直于地面设置，管式反应器为5组，其耐压5MPa、内壁镜面抛光的316不锈钢翅片管，有效传热面积为100m^2，直径为100mm。

[0055] 上述各实施例中的潜水泵可用搅拌装置代替，搅拌装置设置于换热槽底部。

[0056] 实施例4

[0057] 参照附图4，实施例4与实施例1的不同之处在于：温控装置包括风机21、换热器20和风冷槽19，风机的出口端和换热器相连，风冷槽为圆筒形且两端向中心收缩形成风道，换热器的一端与上述的风道相连通，管式反应装置位于风冷槽的中部。

[0058] 实施例5

[0059] 参照附图5，实施例5与实施例2的不同之处在于：温控装置包括风机21、换热器20和风冷槽19，风机的出口端和换热器相连，风冷槽为圆筒形且两端向中心收缩形成风道，换热器的一端与上述的风道相连通，管式反应装置位于风冷槽的中部。

[0060] 实施例6

[0061] 参照附图6，实施例6与实施例3的不同之处在于：温控装置包括风机21、换热器20和风冷槽19，风机的出口端和换热器相连，风冷槽为圆筒形且两端向中心收缩形成风道，换热器的一端与上述的风道相连通，管式反应装置位于风冷槽的中部。

[0062] 实施例7

[0063] 参照附图1，实施例7与实施例1的不同之处在于：所述的管式反应装置是由二根管式反应器以相互并联的形式设置于二根总反应管之间形成梯子状。上述的管式反应器为5、10或15根。

[0064] 实施例8

[0065] 本发明所述的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置构成的系统的实施例，它由上述任一聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置的实施例构成的，包括一聚合釜，聚合釜下端的出

口与管式反应装置的入口相连通，聚合釜上端的入口与管式反应装置的出口相连通。

[0066] 参照附图1，以实施例1与聚合釜组合为例，聚合釜5下端出口4通过连接管路与浆料循环泵3、质量流量计18于管式反应装置的总反应管入口端相连通，聚合釜上端的入口6与管式反应装置的总反应管出口端相连通。

[0067] 本系统充分利用了聚合釜分散效果好和管式反应器换热面积大的优点，管式反应器一方面可以进行换热同时又可以进行反应，有利于提高聚合釜的利用效率，提高了反应速率和生产效率。该系统特别适合于聚氯乙烯的生产。

[0068] 本发明的原理及操作流程如下：

[0069] 聚合釜内的物料在反应过程中，部分物料会被浆料循环泵抽送至聚合釜的外循环反应装置进行控温反应，再回归至聚合釜内继续参与聚合反应，则聚合釜内物料反应而放热时，热量不会集中在聚合釜内，而是被部分物料持续循环地带入外循环反应装置内进行换热及反应，则聚合釜内的温度可以得到有效控制，相应地，聚合釜内的压力也可以得到有效控制。由此可见，该聚合釜体外循环反应装置可以将聚合釜内的温度和压力控制在一定的范围内，使物料聚合反应可以正常进行。物料通过浆料循环泵分散不易堵塞管路，通过质量流量计控制循环流速在1.0m/s以上则物料不易沉降，再通过管式反应器内的螺旋喷嘴可进一步对物料分散，物料中心热更容易移出，换热效果更好。管式反应器换热面积大，浸没在换热槽内可快速进行换热，增大反应速率，潜水泵使换热槽内溶液充分流动，温差小，提升温控准确率，还有利于散热，喷头可以进一步提高散热效率。

[0070] 实施例9

[0071] 参照附图7，本发明的一种聚氯乙烯的生产方法，实施例9是以附图1中所示的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置并与聚合釜串联而成为核心设备。包括以下次序的步骤：

[0072] 1)先将整个系统装置清洗干净，然后氮气打压、试漏、抽真空；

[0073] 2)将氯乙烯单体、引发剂、分散剂、软水及聚合助剂分别计量加入到聚合釜内，在搅拌作用下充分混合10min，一聚合反应温度由自控模块用于控制整个过程的反应温度且与聚合釜和外循环反应装置相连，外循环反应装置上换热槽的进口和出口的阀门为气动调节阀，聚合反应温度由自控模块控制气动调节阀，聚合反应温度由自控模块控制聚合釜换热达到反应温度50℃，外循环反应装置上反应器切换阀及阀门控制件为电磁阀和PLC控制柜且与聚合反应温度由自控模块相连；

[0074] 3)将聚合釜内达到反应温度的物料经聚合釜出口调节阀及外循环反应装置的浆料循环泵以反应流速5kg/min送往外循环反应装置进行换热及反应，在外循环反应装置循环一周后继续流回聚合釜；往复多个周期；

[0075] 4)控制聚合釜引发剂的补充滴加速度0g/min，确保聚合釜及外循环反应装置传热量与聚合反应放热量相等，使反应平稳进行，反应釜压降达到0.01MPa时，反应物料进入出料系统。

[0076] 表1为实施例9PVC树脂检测结果：

[0077] 表3PVC树脂检测结果

[0078]

	表观密度（g/mL）	反应时间	平均聚合度	平均粒径（μm）	转化率（%）
PVC-1	0.55	300	1300	126	83

[0079] 实施例10

[0080] 实施例10与实施例9的不同之处在于：是以附图2中所示的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置并与聚合釜串联而成为核心设备，步骤2)中，在搅拌作用下充分混合30min，聚合反应温度由自控模块控制聚合釜换热达到反应温度57℃；步骤3)中，将聚合釜内达到反应温度的物料经聚合釜出口调节阀及外循环反应装置的浆料循环泵以反应流速10kg/min；步骤4)中，控制聚合釜引发剂的补充滴加速度50g/min，所述的引发剂为高效引发剂，其技术指标为：50℃时其半衰期为1h，活性氧含量为3%，引发剂由一种高效引发剂组成，引发剂配制浓度为0.01%。

[0081] 表2为实施例10PVC树脂检测结果：

[0082] 表2PVC树脂检测结果

[0083]

	表观密度（g/mL）	反应时间	平均聚合度	平均粒径（μm）	转化率（%）
PVC-2	0.53	200	1005	122	82

[0084] 实施例11

[0085] 实施例11与实施例9的不同之处在于：步骤2)中，在搅拌作用下充分混合30min，聚合反应温度由自控模块控制聚合釜换热达到反应温度64℃；步骤3)中，将聚合釜内达到反应温度的物料经聚合釜出口调节阀及外循环反应装置的浆料循环泵以反应流速12kg/min；步骤4)中，控制聚合釜引发剂的补充滴加速度25g/min，所述的引发剂为高效引发剂，其技术指标为：57℃时其半衰期为0.1h，活性氧含量为6%，引发剂由一种高效引发剂组成，引发剂配制浓度为0.1%。

[0086] 表3为实施例11PVC树脂检测结果：

[0087] 表3PVC树脂检测结果

[0088]

	表观密度（g/mL）	反应时间	平均聚合度	平均粒径（μm）	转化率（%）

[0089]

PVC-3	0.54	100	1005	122	81

[0090] 实施例12

[0091] 实施例12与实施例9的不同之处在于：是以附图3中所示的聚氯乙烯聚合釜的外循环反应装置并与聚合釜串联而成为核心设备，步骤2)中，在搅拌作用下充分混合60min，聚合反应温度由自控模块控制聚合釜换热达到反应温度70℃；步骤3)中，将聚合釜内达到反应温度的物料经聚合釜出口调节阀及外循环反应装置的浆料循环泵以反应流速15kg/min；步骤4)中，控制聚合釜引发剂的补充滴加速度100g/min，所述的引发剂为高效引发剂，其技术指标为：70℃时其半衰期为0.1h，活性氧含量为20%，引发剂由一种高效引发剂组成，引发剂配制浓度为0.1%。

[0092] 表4为实施例12PVC树脂检测结果：

[0093] 表4PVC树脂检测结果

[0094]

	表观密度（g/mL）	反应时间	平均聚合度	平均粒径（μm）	转化率（%）
PVC-4	0.53	90	600	122	81

[0095] 上述聚氯乙烯生产方法中可以根据生产的需要选择不同类型的外循环装置与聚合釜进行组合。

[0096] 上述聚氯乙烯生产方法中步骤4)中补充滴加的引发剂可以是EHP和TX99的组合，或CNP和TX99的组合，或TX23和TX99的组合，或TX99和IBP的组合。

[0097] 上述聚合反应温度由自控模块是PLC控制总模块，可控制聚合釜夹套水的温度对聚合釜内温度进行控制，同时控制换热槽的进出口气动阀来控制换热槽内液体的温度，通过控制反应器切换阀及阀门控制件(电磁阀和PLC控制柜)的开闭来精确控制温度。

[0098] 以上对本发明及其实施方式进行了描述，这种描述没有限制性，附图中所示的也只是本发明的实施方式之一，实际的结构并不局限于此。总而言之如果本领域的普通技术人员受其启示，在不脱离本发明创造宗旨的情况下，不经创造性的设计出与该技术方案相似的结构方式及实施例，均应属于本发明的保护范围。

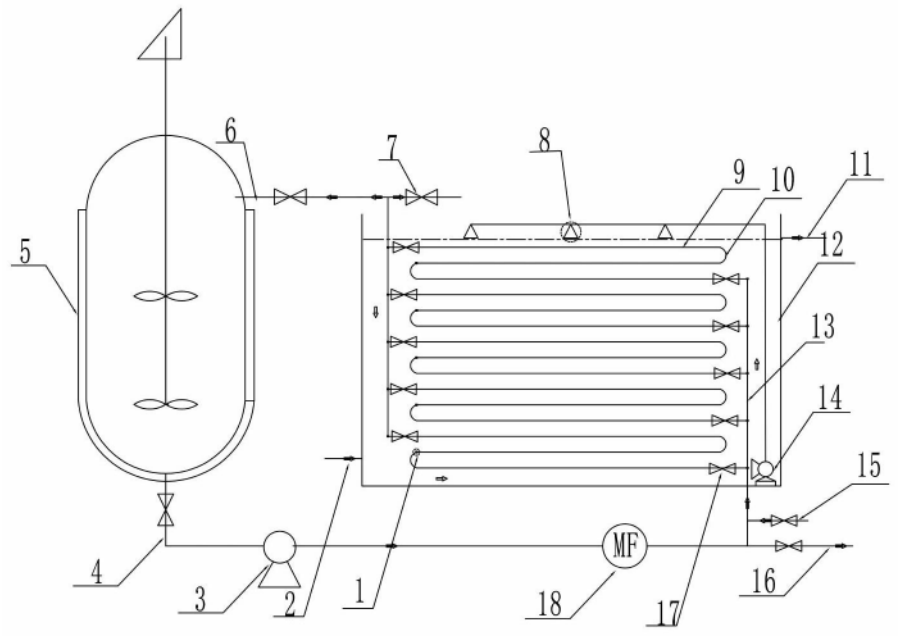

6
7
8
9
10
11
5
12
13
14
15
MF
4
3
2
1
18
17
16

图1

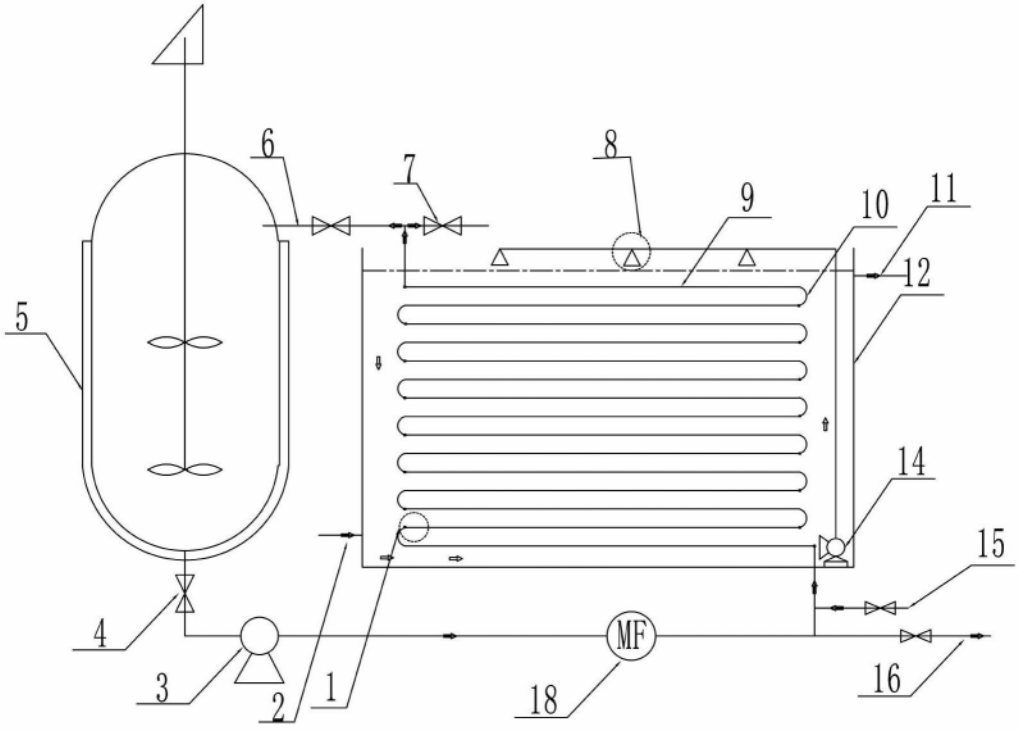

6
7
8
9
10
11
5
12
14
15
MF
4
3
2
1
18
16

图2

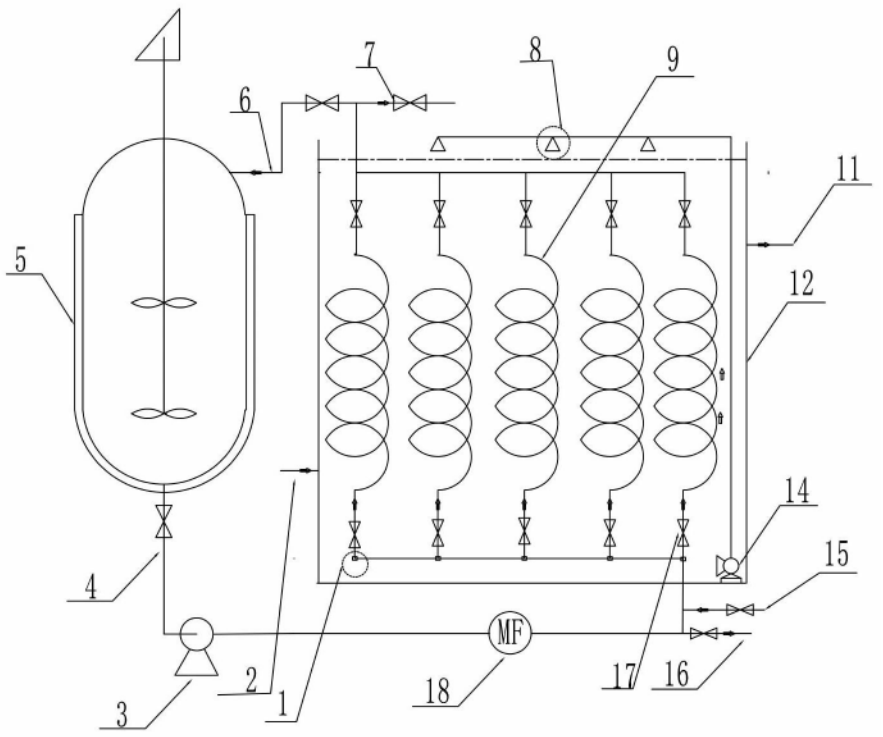

7
8
9
6
11
5
12
14
15
4
MF
2
1
18
17
16
3

图3

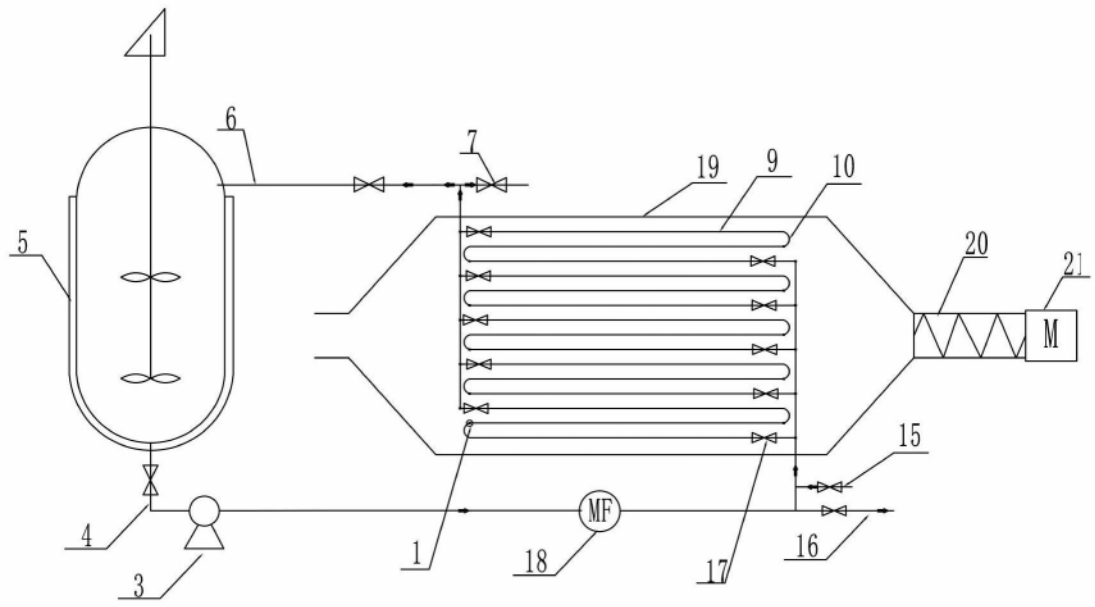

6
7
19
9
10
5
20
21
M
15
4
MF
1
18
17
16
3

图4

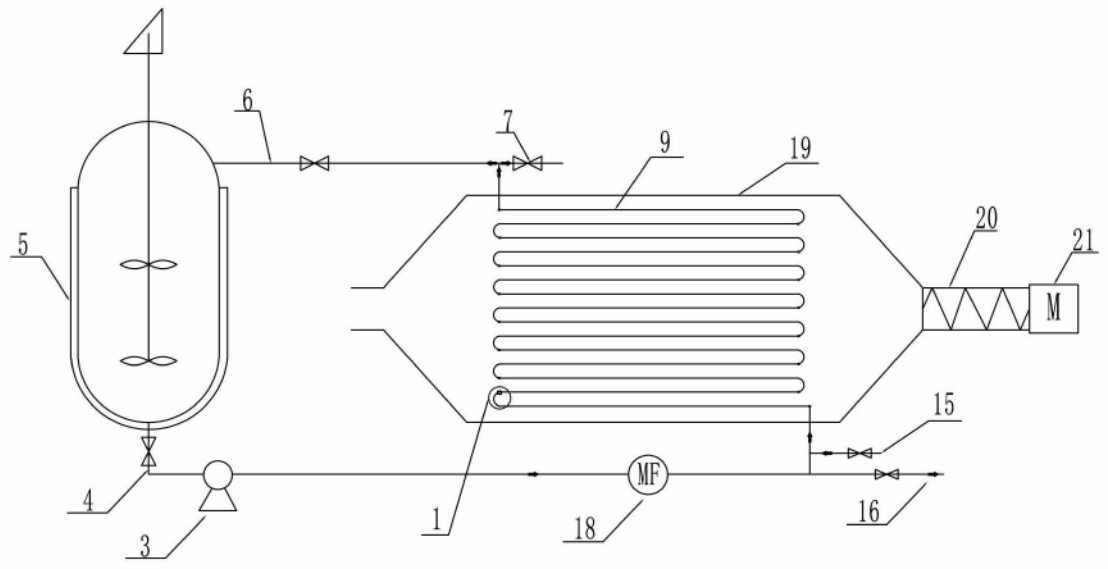


图5

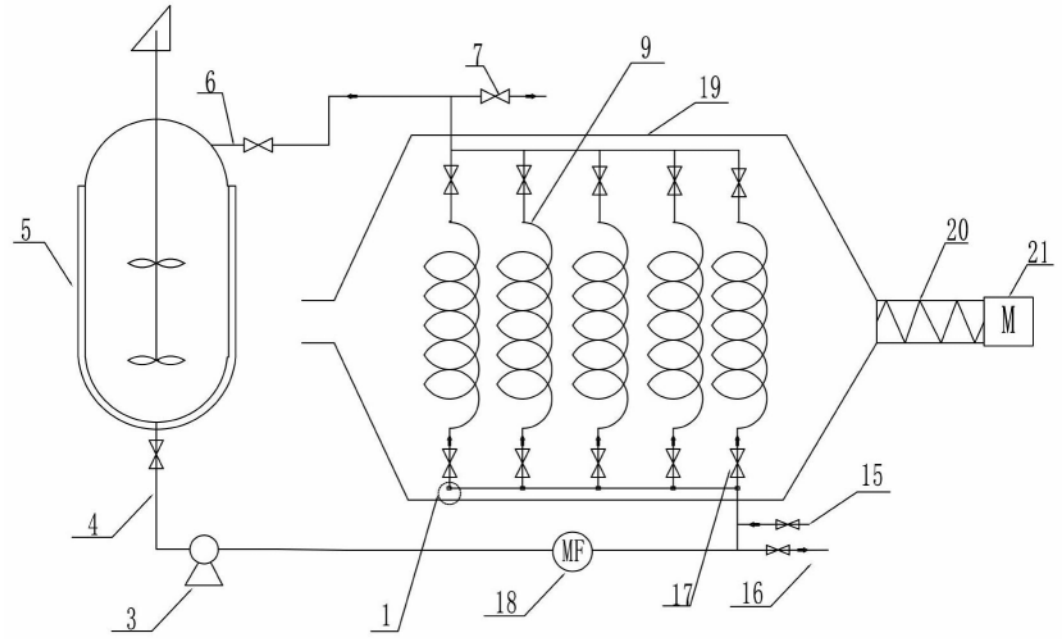


图6

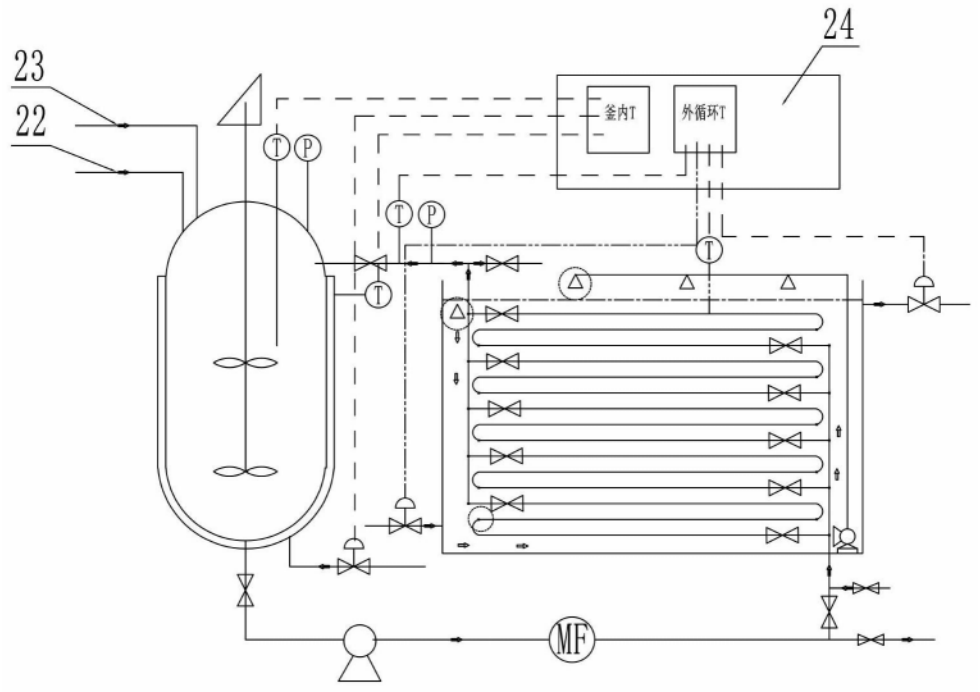


图7