(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)实用新型专利

(10)授权公告号 CN 211886852 U
(45)授权公告日 2020.11.10

(21)申请号 202020543923.2

(22)申请日 2020.04.14

(73)专利权人 烟台华恒节能科技有限公司
地址 264006 山东省烟台市经济技术开发区珠江路32号3号楼642室

(72)发明人 任朋成

(74)专利代理机构 烟台上禾知识产权代理事务所(普通合伙) 37234
代理人 高峰

(51)Int.Cl.
B01J 19/18(2006.01)
B01J 19/24(2006.01)
B01J 8/10(2006.01)
C08F 2/01(2006.01)

(ESM)同样的发明创造已同日申请发明专利

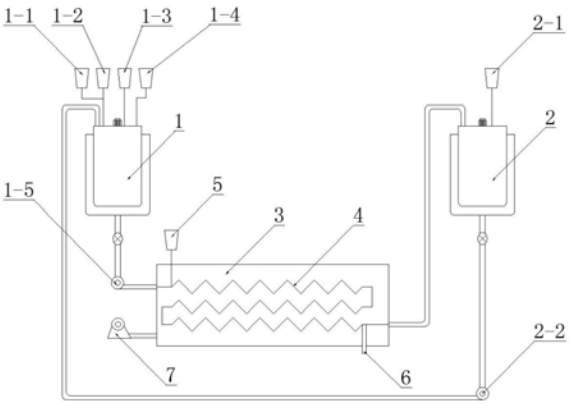
权利要求书1页 说明书4页 附图3页

(54)实用新型名称

一种用于自由基聚合的连续化生产设备

(57)摘要

本实用新型公开了一种用于自由基聚合的连续化生产设备，包括罐式反应器Ⅰ、Ⅱ和槽式反应器，反应器Ⅰ顶部连接有单体存储罐a、单体存储罐b、催化剂存储罐和阻聚剂存储罐a，反应器Ⅱ顶部连接有阻聚剂存储罐b，槽式反应器内部分布有串联的反应管，在第一根反应管上连接有引发剂存储罐，在最后一根反应管上设有取样端口，反应器Ⅰ的三通阀与槽式反应器进料口连通，槽式反应器出料口与反应器Ⅱ的顶部连通，反应器Ⅱ的三通阀与所述反应器Ⅰ的顶部连通。本实用新型可使单体和催化剂先在应器Ⅰ中混合均匀，进入槽式反应器后加入引发剂再进行反应，可将反应温度控制在合适的范围，避免了在罐式的反应器中出现反应放热过于集中的问题，使反应更加平稳。



CN 211886852 U

1.一种用于自由基聚合的连续化生产设备，包括罐式反应器和槽式反应器，其特征在于，所述罐式反应器为两个，分别为反应器Ⅰ和反应器Ⅱ，所述反应器Ⅰ顶部连接有单体存储罐a、单体存储罐b、催化剂存储罐和阻聚剂存储罐a，所述反应器Ⅱ顶部连接有阻聚剂存储罐b，所述反应器Ⅰ和反应器Ⅱ罐体均设有循环水保温夹套，底部均设有三通阀；

所述槽式反应器内部均匀分布有若干串联的反应管，在第一根反应管上连接有引发剂存储罐，在最后一根反应管上设有取样端口，所述槽式反应器连接有恒温水泵；

所述反应器Ⅰ的三通阀一端口与所述槽式反应器进料口通过循环泵a连通，所述槽式反应器出料口与所述反应器Ⅱ的顶部连通，所述反应器Ⅱ的三通阀一端口与所述反应器Ⅰ的顶部通过循环泵b连通。

2.根据权利要求1所述的用于自由基聚合的连续化生产设备，其特征在于，所述罐式反应器的内部设有刮壁式搅拌器，所述刮壁式搅拌器包括电机、搅拌轴、横梁和刮壁板，所述电机设置在所述罐式反应器的顶部，所述搅拌轴与所述电机的转轴相连，所述横梁垂直固定在所述搅拌轴上，所述刮壁板固定在所述横梁上，其一竖边与所述罐式反应器的内壁贴合。

3.根据权利要求2所述的用于自由基聚合的连续化生产设备，其特征在于，所述刮壁板水平倾斜30°-60°。

4.根据权利要求1所述的用于自由基聚合的连续化生产设备，其特征在于，所述反应管为螺旋状。

5.根据权利要求4所述的用于自由基聚合的连续化生产设备，其特征在于，所述反应管为2-6根。

6.根据权利要求5所述的用于自由基聚合的连续化生产设备，其特征在于，所述反应管内壁上设有均匀的凸起，所述凸起为螺纹状凸起、鳞片状凸起或锥形凸起，所述反应管独立地选自所述凸起的任意一种。

一种用于自由基聚合的连续化生产设备

技术领域

[0001] 本实用新型涉及化工设备，尤其涉及一种用于自由基聚合的连续化生产设备。

背景技术

[0002] 自由基聚合是一种重要的聚合方式，大多数聚合物的聚合机理属于自由基聚合。自由基聚合是由引发剂引发产生游离基，通过链增长、链终止和链转移等步骤而结束聚合。其中，链增长过程中会产生大量的游离基，快速反应使分子量急剧增加，反应放热导致体系的温度明显上升，若没有外部控制，则会出现“爆聚”现象，造成物料结块报废。自由基聚合反应通常在反应釜中进行，为了控制聚合的平稳进行，一般采用间歇式聚合方式，生产效率比较底下，且不同批次的产物指标不稳定。

发明内容

[0003] 针对自由基聚合的特性，采用间歇式聚合方式效率低、产物指标不稳定的问题，本实用新型提供一种用于自由基聚合的连续化生产设备及其使用方法。

[0004] 本实用新型解决上述技术问题的技术方案如下：一种用于自由基聚合的连续化生产设备，包括罐式反应器和槽式反应器，罐式反应器为两个，分别为反应器Ⅰ和反应器Ⅱ，反应器Ⅰ顶部连接有单体存储罐a、单体存储罐b、催化剂存储罐和阻聚剂存储罐a，反应器Ⅱ顶部连接有阻聚剂存储罐b，反应器Ⅰ和反应器Ⅱ罐体均设有循环水保温夹套，底部均设有三通阀；槽式反应器内部均匀分布有若干串联的反应管，在第一根反应管上连接有引发剂存储罐，在最后一根反应管上设有取样端口，槽式反应器连接有恒温水泵；反应器Ⅰ的三通阀一端口与槽式反应器进料口通过循环泵a连通，槽式反应器出料口与反应器Ⅱ的顶部连通，反应器Ⅱ的三通阀一端口与反应器Ⅰ的顶部通过循环泵b连通。

[0005] 采用上述设备进行自由基聚合反应时，单体和催化剂先在应器Ⅰ中混合均匀并加热，混合物进入槽式反应器后才加入引发剂，这样的设计可使物料先在槽式反应器的反应管中进行反应，反应管浸泡在循环水中，可人为地将反应温度控制在合适的范围内，避免了在物料在罐式的反应器中出现反应放热过于集中的问题，使反应更加平稳，物料在反应器Ⅰ、反应器Ⅱ和槽式反应器之间密闭循环，聚合过程直观可控，可实现连续化生产，避免了间歇式聚合效率低、产物指标不稳定的问题。

[0006] 本实用新型罐式反应器可采用常规的搅拌式反应釜，也可对现有反应釜进行如下改进：罐式反应器的内部设有刮壁式搅拌器，刮壁式搅拌器包括电机、搅拌轴、横梁和刮壁板，电机设置在所述罐式反应器的顶部，搅拌轴与电机的转轴相连，横梁垂直固定在所述搅拌轴上，刮壁板固定在所述横梁上，其一竖边与所述罐式反应器的内壁贴合。

[0007] 由于聚合过程中物料的黏度逐渐增加，会附着在反应釜内壁上，采用刮壁式搅拌器可以将内壁上的物料刮下，避免了物料附着影响产物性能以及可能导致反应釜温度控制失效的问题。

[0008] 进一步，刮壁式搅拌器的刮壁板水平倾斜30°-60°。刮壁板倾斜一定的角度，产生

竖向的剪切力，可使刮下的物料快速进入混合物中。

[0009] 为了更有效的增加对反应物的温度控制，可将反应管设为螺旋状。螺旋状反应管能够延长反应物料运行的距离，可充分散热，防止物料发生爆聚，使自由基聚合更加稳定进行。根据实际情况，选择2-6根反应管即可实现较好的温度控制。

[0010] 进一步，可在反应管的内壁上设置均匀的凸起，凸起为螺纹状凸起、鳞片状凸起或锥形凸起。设置凸起可以使物料不均匀流动，使物料混合更加均匀，且利于散热。每一根反应管的凸起不受其他反应管凸起种类的限制，根据实际需求，可任意搭配。

[0011] 采用上述设备实现自由基聚合连续化生产的操作步骤如下：

[0012] 1)将单体、催化剂、阻聚剂和引发剂装入对应的存储罐中，打开反应器Ⅰ和反应器Ⅱ的循环水，打开槽式反应器的恒温水泵；

[0013] 2)打开单体存储罐a和单体存储罐b，向反应器Ⅰ中泵入所需剂量的不同单体，打开反应器Ⅰ的搅拌器，打开催化剂存储罐，加入催化剂，保持搅拌；

[0014] 3)将反应器Ⅰ的三通阀调节至与槽式反应器第一根反应管的进料口连通，打开循环泵a，打开引发剂存储罐，加入引发剂；

[0015] 4)将混合物泵入反应器Ⅱ中，打开反应器Ⅱ的搅拌器，将反应器Ⅱ的三通阀调节至与反应器Ⅰ的顶部连通，打开循环泵b，使混合物在反应器Ⅰ、反应器Ⅱ和槽式反应器之间循环；

[0016] 5)在取样端口处取样，根据样品反应程度打开引发剂存储罐加入引发剂；

[0017] 6)当取样检测发现聚合度达标后，同时打开阻聚剂存储罐a和阻聚剂存储罐b，加入阻聚剂，循环一段时间后调节其中一个三通阀，将反应物导出；

[0018] 7)重复步骤1)-步骤6)，实现连续化生产。

附图说明

[0019] 图1为本实用新型设备的结构示意图；图2为罐式反应器剖视图；图3为螺纹状凸起反应管的剖视图；图4为鳞片状凸起反应管的截面图；图5为锥形凸起反应管的截面图；各部分分别为：

[0020] 1、反应器Ⅰ，1-1、单体存储罐a，1-2、单体存储罐b，1-3、催化剂存储罐，1-4、阻聚剂存储罐a，1-5、循环泵a，2、反应器Ⅱ，2-1、阻聚剂存储罐b，2-2、循环泵b，3、槽式反应器，4、反应管，4-1、螺纹状凸起，4-2、鳞片状凸起，4-3、锥形凸起，5、引发剂存储罐，6、取样端口，7、恒温水泵，8、搅拌轴，9、横梁，10、刮壁板。

具体实施方式

[0021] 以下结合实例对本实用新型进行描述，所举实例只用于解释本实用新型，并非用于限定本实用新型的范围。

[0022] 实施例1

[0023] 如图1，一种用于自由基聚合的连续化生产设备，包括罐式反应器和槽式反应器3，罐式反应器为两个，分别为反应器Ⅰ1和反应器Ⅱ2，反应器Ⅰ1顶部连接有单体存储罐a 1-1、单体存储罐b 1-2、催化剂存储罐1-3和阻聚剂存储罐a 1-4，反应器Ⅱ2顶部连接有阻聚剂存储罐b 2-1，反应器Ⅰ1和反应器Ⅱ2罐体均设有循环水保温夹套，底部均设有三通阀；槽式

反应器3内部均匀分布有2根串联的反应管4，在第一根反应管4上连接有引发剂存储罐5，在最后一根反应管4上设有取样端口6，槽式反应器3连接有恒温水泵7；反应器I1的三通阀一端口与槽式反应器3进料口通过循环泵a 1-5连通，槽式反应器3出料口与反应器Ⅱ2的顶部连通，反应器Ⅱ2的三通阀一端口与反应器I1的顶部通过循环泵b 2-2连通。

[0024] 实施例2

[0025] 如图1和图2，一种用于自由基聚合的连续化生产设备，包括罐式反应器和槽式反应器3，罐式反应器为两个，分别为反应器I1和反应器Ⅱ2，反应器I1顶部连接有单体存储罐a 1-1、单体存储罐b 1-2、催化剂存储罐1-3和阻聚剂存储罐a 1-4，反应器Ⅱ2顶部连接有阻聚剂存储罐b 2-1，反应器I1和反应器Ⅱ2罐体均设有循环水保温夹套，底部均设有三通阀；反应器I1和反应器Ⅱ2内部均设有刮壁式搅拌器，刮壁式搅拌器包括电机、搅拌轴8、横梁9和刮壁板10，电机设置在罐式反应器的顶部，搅拌轴8与电机的转轴相连，横梁9垂直固定在搅拌轴8上，刮壁板10固定在横梁9上，水平倾斜45°，其一竖边与罐式反应器的内壁贴合；槽式反应器3内部均匀分布有6根串联的反应管4，在第一根反应管4上连接有引发剂存储罐5，在最后一根反应管4上设有取样端口6，槽式反应器3连接有恒温水泵7；反应器I1的三通阀一端口与槽式反应器3进料口通过循环泵a 1-5连通，槽式反应器3出料口与反应器Ⅱ2的顶部连通，反应器Ⅱ2的三通阀一端口与反应器I1的顶部通过循环泵b 2-2连通。

[0026] 实施例3

[0027] 如图1-5，一种用于自由基聚合的连续化生产设备，包括罐式反应器和槽式反应器3，罐式反应器为两个，分别为反应器I1和反应器Ⅱ2，反应器I1顶部连接有单体存储罐a 1-1、单体存储罐b 1-2、催化剂存储罐1-3和阻聚剂存储罐a 1-4，反应器Ⅱ2顶部连接有阻聚剂存储罐b 2-1，反应器I1和反应器Ⅱ2罐体均设有循环水保温夹套，底部均设有三通阀；反应器I1和反应器Ⅱ2内部均设有刮壁式搅拌器，刮壁式搅拌器包括电机、搅拌轴8、横梁9和刮壁板10，电机设置在罐式反应器的顶部，搅拌轴8与电机的转轴相连，横梁9垂直固定在搅拌轴8上，刮壁板10固定在横梁9上，水平倾斜45°，其一竖边与罐式反应器的内壁贴合；槽式反应器3内部均匀分布有3根串联的反应管4，反应管4为螺旋状，第一根反应管4内壁上设有均匀的螺纹状凸起4-1，第二根反应管4内壁上设有均匀的鳞片状凸起4-2，第三根反应管4内壁上设有均匀的锥形凸起4-3，在第一根反应管4上连接有引发剂存储罐5，在最后一根反应管4上设有取样端口6，槽式反应器3连接有恒温水泵7；反应器I1的三通阀一端口与槽式反应器3进料口通过循环泵a 1-5连通，槽式反应器3出料口与反应器Ⅱ2的顶部连通，反应器Ⅱ2的三通阀一端口与反应器I1的顶部通过循环泵b 2-2连通。

[0028] 采用实施例3设备进行改性二氧化硅气凝胶与甲基丙烯酸的自由基聚合反应，其步骤为：

[0029] 1)原材料准备

[0030] 在玻璃烧杯中加入1000重量份的偶联剂KH550，180rpm搅拌，加入100重量份二氧化硅气凝胶，控制温度在45℃，搅拌3h后在氮气保护下转移至超声波振荡器中，超声分散3h，再静置12h，真空抽滤，将滤饼75℃下真空干燥6h，得粉末，备用；在三口玻璃烧瓶中加入1000重量份的甲酰胺，水浴45℃，保持搅拌，加入120重量份所得粉末，控制搅拌速度为80rpm，50℃下反应4h，得甲酰胺改性纳米二氧化硅气凝胶，将120kg产物转移至单体存储罐a中，保持搅拌；在单体存储罐b中加入1500kg的甲基丙烯酸，在引发剂存储罐中加入6kg引

发剂偶氮二异丁氰，在阻聚剂存储罐a和阻聚剂存储罐b中分别加入5kg阻聚剂四氯苯醌；

[0031] 2)混合

[0032] 打开反应器I和反应器Ⅱ的循环水保温夹套，控制循环水温度为25℃，打开单体存储罐将甲基丙烯酸泵入反应器I中，打开刮壁式搅拌器，再打开单体存储罐a，将甲酰胺改性纳米二氧化硅气凝胶均分6次泵入反应器I中，调节搅拌速度至180rpm，搅拌6h；

[0033] 3)循环反应

[0034] 打开恒温水泵，调节温度为40℃，打开循环泵a 1-5和循环泵b 2-2，将混合物泵入槽式反应器中，打开引发剂存储罐阀门，加入部分引发剂，循环反应8h，期间每间隔1h从取样端口取样检测混合物粘度，并将剩余引发剂分次加入体系中，同时打开阻聚剂存储罐a和阻聚剂存储罐b，加入阻聚剂，再循环2h，循环过程中，按步骤1)的重量，将单体存储罐a、单体存储罐b、引发剂存储罐、阻聚剂存储罐a和阻聚剂存储罐b中分别装入对应物料；

[0035] 4)连续生产

[0036] 调节反应器I或反应器Ⅱ的三通阀，将系统内的反应物料放出，然后重复步骤2)和3)的操作，实现连续化生产。

[0037] 以上所述仅为本实用新型的较佳实施例，并不用以限制本实用新型，凡在本实用新型的精神和原则之内，所作的任何修改、等同替换、改进等，均应包含在本实用新型的保护范围之内。

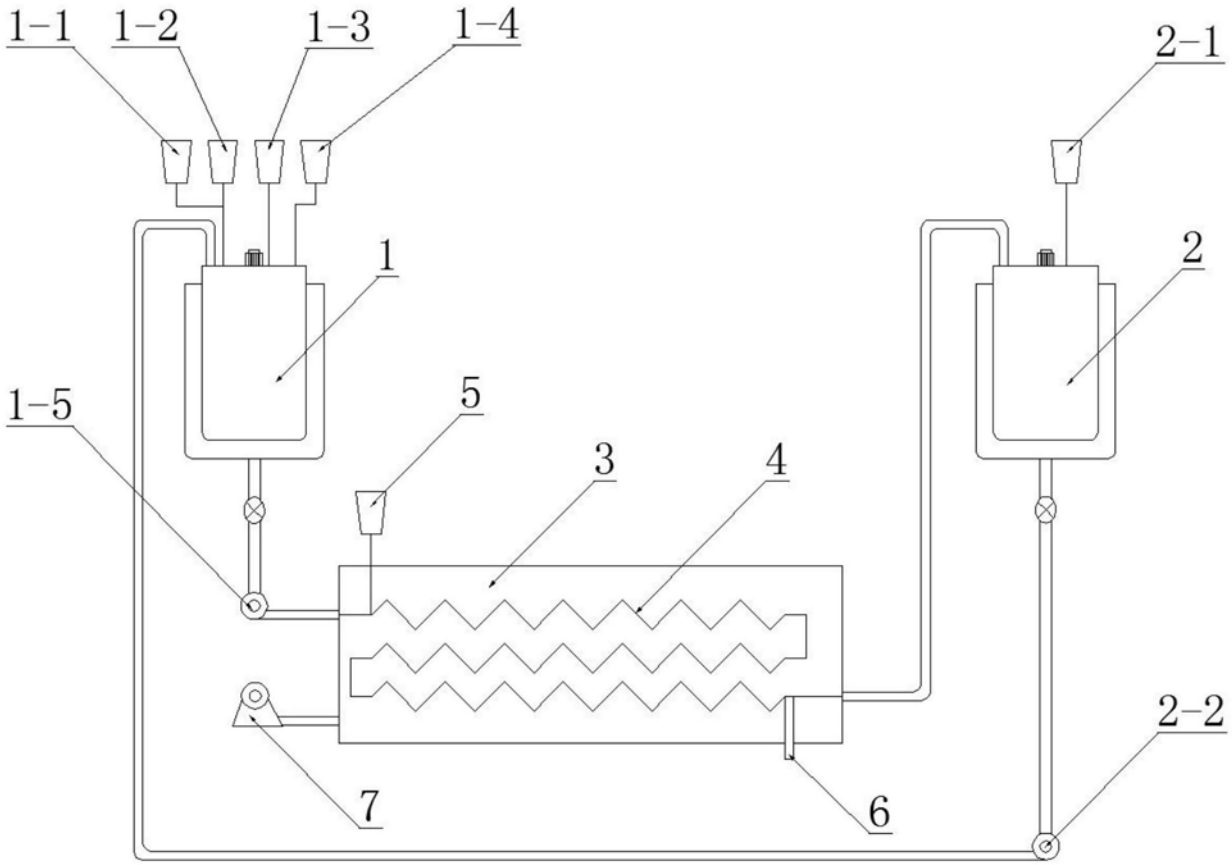


图1

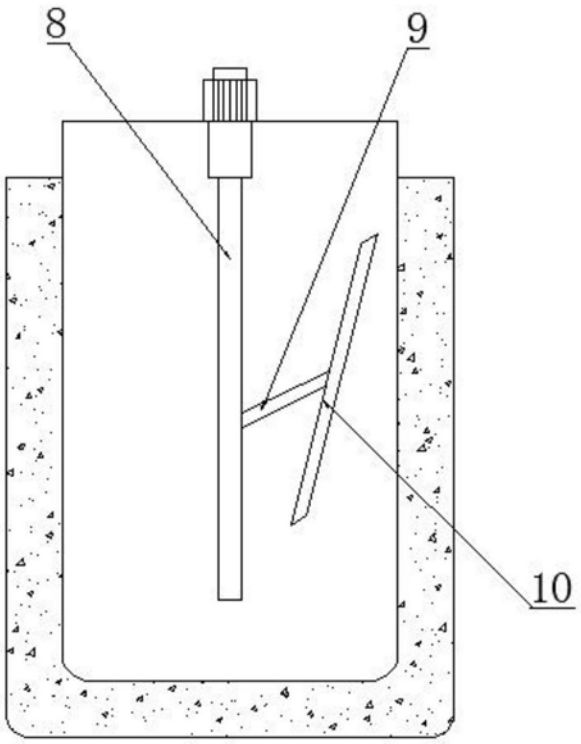


图2

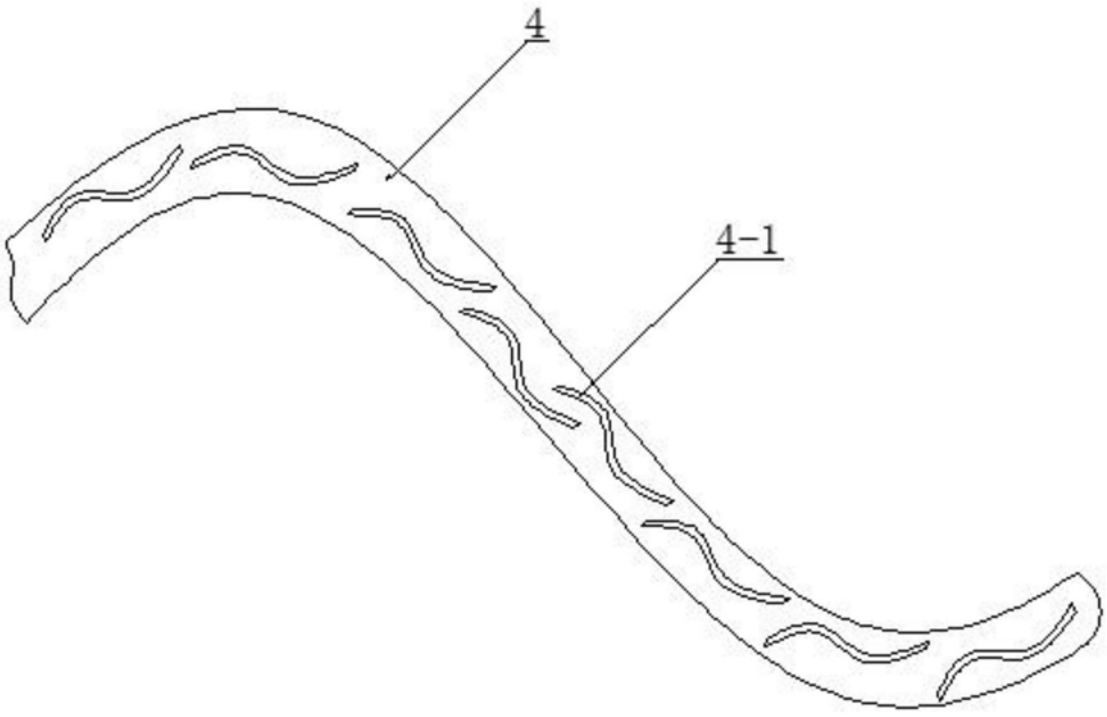


图3

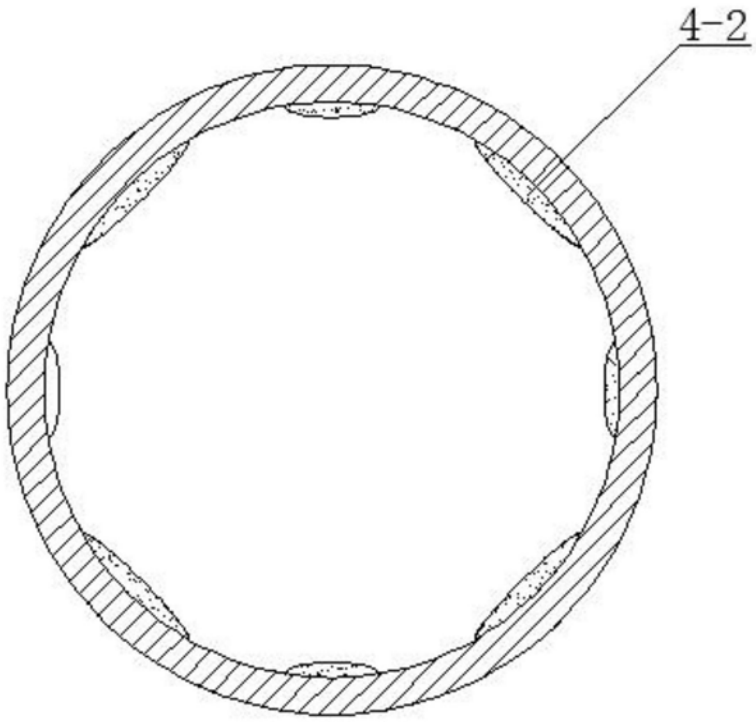


图4

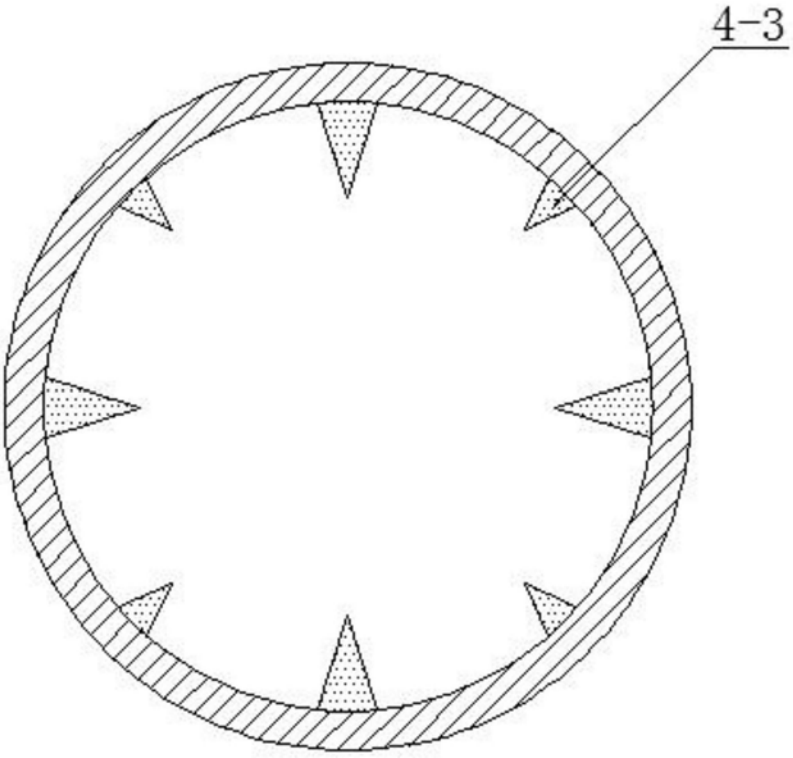


图5