



(12) 实用新型专利

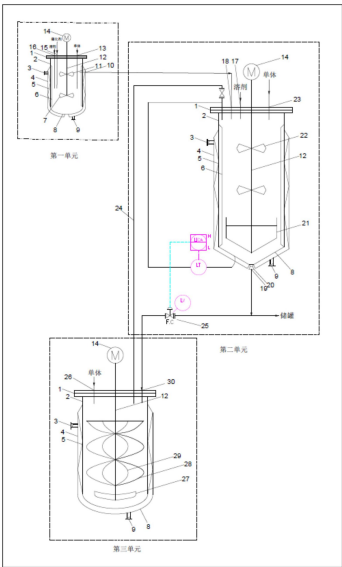
(10) 授权公告号 CN 218901857 U  
(45) 授权公告日 2023. 04. 25

(21) 申请号 202223180392.3  
(22) 申请日 2022.11.25  
(73) 专利权人 黄河三角洲京博化工研究院有限公司  
地址 256500 山东省滨州市博兴县经济开发区  
(72) 发明人 王义晓 马韵升 任照玉 裴立军  
王连文 曹丽艳 张龙霞  
(74) 专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限公司 11227  
专利代理师 李金  
(51) Int.Cl.  
B01J 19/18 (2006.01)  
B01J 19/00 (2006.01)  
B01J 4/00 (2006.01)

权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 实用新型名称  
一种用于连续化生产高固含量聚合物产品的设备  
(57) 摘要

本实用新型提供了一种用于连续化生产高固含量聚合物产品的设备,包括:依次串联连接的第一单元反应器、第二单元反应器和第三单元反应器;所述第一单元反应器的溢流口连接所述第二单元反应器顶部的进料口,所述第二单元反应器底部的出料口分别连接所述第三单元反应器顶部的进料口和储罐。与现有技术相比,本实用新型提供的用于连续化生产高固含量聚合物产品的设备采用特定结构单元及连接关系,实现整体较好的相互作用,能够有效解决物料粘壁抱轴、反应热无法及时撤出、单釜产能低、操作复杂等难题,实现连续化高效生产高固含量聚合物产品。



1. 一种用于连续化生产高固含量聚合物产品的设备,其特征在于,包括:  
依次串联连接的第一单元反应器、第二单元反应器和第三单元反应器;  
所述第一单元反应器的溢流口连接所述第二单元反应器顶部的进料口,所述第二单元反应器底部的出料口分别连接所述第三单元反应器顶部的进料口和储罐。
2. 根据权利要求1所述的用于连续化生产高固含量聚合物产品的设备,其特征在于,所述第一单元反应器的长径比为 $(1.2\sim 2.3):1$ ,下封头使用椭圆封头。
3. 根据权利要求1所述的用于连续化生产高固含量聚合物产品的设备,其特征在于,所述第一单元反应器的进料管均插入釜体下部,设双层或多层搅拌,上层圆盘涡轮式或涡轮式,下层推进式,内设可拆卸折流挡板。
4. 根据权利要求1所述的用于连续化生产高固含量聚合物产品的设备,其特征在于,所述第一单元反应器的中上部设有溢流口,装料系数为 $0.7\sim 0.8$ 。
5. 根据权利要求1所述的用于连续化生产高固含量聚合物产品的设备,其特征在于,所述第二单元反应器的长径比为 $(1.8\sim 2.8):1$ ,为立式反应器,下封头使用锥形封头,设无死区球阀,釜体积为所述第一单元反应器的8倍 $\sim 15$ 倍。
6. 根据权利要求1所述的用于连续化生产高固含量聚合物产品的设备,其特征在于,所述第二单元反应器设双层或多层搅拌,上层推进式,下层锚式或框式,下层搅拌桨贴近釜底,间距不小于30mm。
7. 根据权利要求1所述的用于连续化生产高固含量聚合物产品的设备,其特征在于,所述第二单元反应器设有液位控制系统。
8. 根据权利要求1所述的用于连续化生产高固含量聚合物产品的设备,其特征在于,所述第三单元反应器为立式反应器,下封头使用椭圆封头,设置釜底阀门。
9. 根据权利要求1所述的用于连续化生产高固含量聚合物产品的设备,其特征在于,所述第三单元反应器设螺带式、螺带+螺杆式或双螺带+螺杆式搅拌形式。
10. 根据权利要求1所述的用于连续化生产高固含量聚合物产品的设备,其特征在于,所述第一单元反应器、第二单元反应器和第三单元反应器均配置夹套,且内置导流板,介质通热水、蒸汽、油浴、循环水或冷冻水。

## 一种用于连续化生产高固含量聚合物产品的设备

### 技术领域

[0001] 本实用新型涉及生产设备技术领域,更具体地说,是涉及一种用于连续化生产高固含量聚合物产品的设备。

### 背景技术

[0002] 随着功能高分子材料应用领域的扩展,和下游产业高质量快速发展,市场对高分子材料的需求和要求都逐渐升高,我国高分子材料行业需求将达843万吨,但我国还不是高分子材料强国,高端产品仍依赖进口,近年来,国家大力支持功能高分子材料产业发展。高分子材料的反应过程具有明显特征,高固、高粘或强放热等,对反应设备、操作条件、后处理方式等都有较高要求。目前聚合工艺和设备是限制高固含量聚合物产品生产的重要问题,如新型绿色聚合物材料——聚酮的生产。

[0003] 聚酮生产目前采用间歇操作,反应器内溶剂甲醇为液相,单体乙烯、CO为气相,聚合物产品为固相颗粒,单体原料、溶剂等在30℃~150℃、3MPa~8MPa条件下反应,反应前期物料流动性和导热性良好,经过预聚形成种子后,反应速率迅速提升,物料集中放热,出现放热高峰期,此时放热强度约为平均放热的1.5倍~3倍,撤热压力大,若撤热不及时,易造成温度快速升高、反应速率加快、催化剂失活、产品质量差及安全隐患等问题,反应后形成高固含量聚酮产品,为提高生产效率和产能常做到“干锅”(不存在游离液体)状态,其运动粘度剧增,流动性和导热性极差。间歇操作常为生产一定批次后定期开釜清理,由于聚酮固含量高,运动粘度高,出料时会残留部分物料,而进行下釜反应时该残存老料与新催化剂接触,造成老料集聚和粘连,随反应批次增加,粘壁抱轴现象加剧。且间歇操作受外界影响较大,如反应物状态、反应器状态及人为操作等,难以实现每釜反应完全相同,导致产品稳定性、重复性差。因间歇操作是在单一反应器、单一搅拌形式等条件下进行,应满足整个反应过程的撤热、装料要求,因此单釜产能低。实验室规模中间歇操作的不足体现不明显,放大生产后表现更加突出,且严重影响放大比例,较难实现大比例放大。

[0004] 综上,实现连续化工艺,可大大解决粘壁抱轴、放热高峰、产品重复稳定性差、单釜产能低等问题。因此提供一种用于连续化生产高固含量聚合物产品的高效成套设备,成为本领域技术人员亟待解决的技术难题。

### 实用新型内容

[0005] 有鉴于此,本实用新型的目的在于提供一种用于连续化生产高固含量聚合物产品的高效成套设备,本实用新型提供的设备可有效解决粘壁抱轴、反应热无法及时撤出、单釜产能低等问题,适用于聚酮生产及聚丙烯、聚乙烯等淤浆聚合等相近应用场景。

[0006] 本实用新型提供了一种用于连续化生产高固含量聚合物产品的设备,包括:

[0007] 依次串联连接的第一单元反应器、第二单元反应器和第三单元反应器;

[0008] 所述第一单元反应器的溢流口连接所述第二单元反应器顶部的进料口,所述第二单元反应器底部的出料口分别连接所述第三单元反应器顶部的进料口和储罐。

[0009] 优选的,所述第一单元反应器的长径比为(1.2~2.3):1,立式或卧式均可,上封头无特殊要求,平盖、椭圆等类型均可,下封头使用椭圆封头。

[0010] 优选的,所述第一单元反应器的进料管均插入釜体下部,设双层或多层搅拌,上层圆盘涡轮式或涡轮式,下层推进式,内设可拆卸折流挡板。

[0011] 优选的,所述第一单元反应器的中上部设有溢流口,装料系数为0.7~0.8。

[0012] 优选的,所述第二单元反应器的长径比为(1.8~2.8):1,为立式反应器,上封头无特殊要求,平盖、椭圆等类型均可,下封头使用锥形封头,设无死区球阀,釜体积为所述第一单元反应器的8倍~15倍。

[0013] 优选的,所述第二单元反应器设双层或多层搅拌,上层推进式,下层锚式或框式,下层搅拌桨贴近釜底,间距不小于30mm;不推荐安装内冷盘管。

[0014] 优选的,所述第二单元反应器设有液位控制系统。

[0015] 优选的,所述第三单元反应器为立式反应器,上封头无特殊要求,平盖、椭圆等类型均可,下封头使用椭圆封头,根据出料情况设置釜底阀门,该单元可由单釜或多釜组成。

[0016] 优选的,所述第三单元反应器设螺带式(双螺带、双双螺带等)、螺带+螺杆式或双螺带+螺杆式搅拌形式,无挡板和内冷盘管。

[0017] 优选的,所述第一单元反应器、第二单元反应器和第三单元反应器均配置夹套,且内置导流板,介质通热水、蒸汽、油浴、循环水或冷冻水。

[0018] 优选的,中试及以上规模对三个单元反应器的开式闭式无特殊需求,小试开式。

[0019] 本实用新型公开了一种适用于单体原料通过聚合反应连续化生产高固含量聚合物产品的高效成套设备,该成套设备包括三个单元反应器,第一单元反应器设有溢流口,用于连续出料;第二单元反应器下封头为锥形封头,且下层搅拌紧贴釜底,间距不小于30mm,以防止高固含量物料在釜底堵塞沉积,第二单元反应器还带有液位控制系统,严格控制釜内液位在要求范围内;第三单元反应器搅拌组件用于高固含量体系的搅拌,以防止物料结块或粘壁,根据试验规模确定出料方式,实验室规模使用反应器顶部出料,生产装置使用底部出料;三单元反应器依次串联连接,第一单元反应器溢流口连接第二单元反应器顶部进料口,第二单元反应器底部出料口分别连接第三单元反应器顶部进料口和储罐;物料由第一单元反应器进料口进入反应器,预聚种子形成后通过溢流口进入第二单元反应器,达一定反应程度后由釜底间断式出料进入第三单元反应器或储罐,反应时第三单元反应器为独立单元,可自由调整反应条件和反应时间以实现目标产品的产出;该设备有效解决了物料粘壁抱轴、反应热无法及时撤出、单釜产能低、操作复杂等难题,实现连续化高效生产高固含量聚合物产品。

## 附图说明

[0020] 图1为本实用新型提供的用于连续化生产高固含量聚合物产品的高效成套设备的结构示意图。

## 具体实施方式

[0021] 下面将结合本实用新型实施例,对本实用新型的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本实用新型一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本实用

新型中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本实用新型保护的范围。

[0022] 本实用新型旨在提供一种适用于连续化生产高固含量聚合物产品的高效成套设备,可有效解决粘壁抱轴、反应热无法及时撤出、单釜产能低等问题。该成套设备由三个单元反应器依次串联组成,三个单元反应器对应的反应器尺寸、结构、内构件及操作方式各不相同,分别发挥不同作用适用不同物料状态。

[0023] 在本实用新型中,所述第一单元反应器长径比优选为 $(1.2\sim 2.3):1$ ,立式或卧式均可,上封头无特殊要求,平盖、椭圆等类型均可,下封头优选椭圆封头,配合搅拌不易形成死区,平底易存在物料流动死区;上封头设有单体、溶剂、催化剂等进料口,均插入釜体下部,可避免物料短路问题,并增强混合效果;采用双层或多层搅拌,上层圆盘涡轮式或涡轮式,圆盘涡轮式剪切作用大,可产生很强的径向流,增强气体在液相中混合程度,下层推进式,内设可拆卸折流挡板,有利于气液相快速充分混合;釜体中上部设有溢流口,装料系数优选为 $0.7\sim 0.8$ ,物料溢流出釜;该单元适用于低运动粘度 $(0.1\sim 100\text{mm}^2/\text{s})$ 、低固含量 $(0\sim 10\%\text{wt})$ 体系。

[0024] 在本实用新型中,所述第二单元反应器为立式反应器,长径比优选为 $(1.8\sim 2.8):1$ ,结合液位控制系统严格控制釜内液位情况,以保证釜内高、低液位下都能正常运行,釜体积优选为第一单元的 $8\sim 15$ 倍,上封头无特殊要求,平盖、椭圆等类型均可,下封头使用角度略大于粉末干物料休止角的锥形封头,适用于有一定范围休止角 $(40\sim 50^\circ)$ 的高固含量物料出料,设无死区球阀,有效防止粉末物料在釜底堵塞沉积;上封头设有溶剂、单体进料口,可通过调整溶剂等进料实现三个单元分别控制;采用双层或多层搅拌,上层推进式,下层锚式或框式,下层搅拌桨尽可能贴近釜底,间距不小于 $30\text{mm}$ ,可防止固体物料沉积釜底;该单元反应器不推荐安装内冷盘管,安装内冷盘管易出现粘壁或挂料等问题,不利于内部流场分布和传质情况,该成套设备用于聚合反应连续运行时,仅使用夹套撤热即可;该单元适用于运动粘度 $30\sim 10000\text{mm}^2/\text{s}$ 、固含量 $2\sim 30\%\text{wt}$ 的体系。

[0025] 在本实用新型中,所述第三单元反应器为立式反应器,反应时该单元与前两单元分开独立操作,可由单釜或多釜组成;上封头无特殊要求,平盖、椭圆等类型均可,下封头选用椭圆封头,实验室规模装置中下封头不设底阀,选择反应器顶部出料,但生产规模装置中优选出料方案为反应器底部设出料阀出料;上封头设有单体进料口,采用螺带式(双螺带、双双螺带等)、螺带+螺杆式或双螺带+螺杆式等搅拌形式,不设挡板和内冷盘管,因釜内物料为高固含量体系,流动状态较差,若设有挡板和内冷盘管,物料流动存在死角,易挂壁堆积;该单元适用于运动粘度 $1000\sim 100000\text{mm}^2/\text{s}$ 、固含量 $20\sim 50\%\text{wt}$ 的高固含量体系。

[0026] 在本实用新型中,三个单元反应器中第二单元反应器放热强度最高,约为第一单元反应器的 $5\sim 8$ 倍,第三单元反应器的 $25\sim 27$ 倍,但第二单元反应器物料流动性和导热性较好,系统传热系数约为第三单元反应器的数十倍,且第二单元反应器连续进料时,可通过调整物料进料量和停留时间有效稀释反应强度,搭配夹套撤热可解决第二单元撤热问题;三个单元反应器均只需配置夹套,介质通循环水或冷冻水,聚合反应属于强放热反应,第二单元反应器放热强度最大,使用该成套设备运行实验室规模实验时仅依靠循环水撤热就可满足撤热需求;此外第三单元反应器的反应时间长、放热强度低,可使用大釜操作,提高单釜产能,所以该成套设备和连续工艺有效解决间歇工艺中局限性问题的,即间歇操作中单釜

必须既满足第二单元反应器撤热需求,又要满足第三单元反应器装料量,所以釜体积与装料量受限,因此该装置有利于工程化放大。

[0027] 在本实用新型中,三单元反应器依次串联连接,第一单元反应器的溢流口连接第二单元反应器顶部进料口,第二单元反应器底部出料口连接第三单元反应器顶部进料口;物料由第一单元反应器顶部进料口进入反应器,形成预聚种子后溢流进入第二单元反应器,反应达一定程度后,在液位控制系统协助下严格控制反应器内液位,间歇出料至第三单元反应器或储罐,第三单元反应器中继续反应至终点,间歇出料。

[0028] 因此,本实用新型提供的一种用于连续法生产高固含量聚合物产品的高效成套设备有效解决了间歇操作中单釜设备的粘壁抱轴、反应热无法及时撤出、单釜产能低等问题,该成套设备适用于聚酮生产及聚丙烯、聚乙烯等淤浆聚合等相近应用场景。目前实验装置(第二单元16L、第三单元10L)已成功运用于聚酮生产,可实现长周期连续运行生产一定批量的稳定性产品,有效解决了粘壁抱轴、反应热无法及时撤出、单釜产能低等问题,该成套设备中三个单元反应器可进行差别化控制,灵活控制反应过程和产品质量,可大幅提高生产能力、减少人力及设备投资和运行成本,并利于大比例放大。

[0029] 本实用新型提供了一种用于连续化生产高固含量聚合物产品的设备,包括:依次串联连接的第一单元反应器、第二单元反应器和第三单元反应器;所述第一单元反应器的溢流口连接所述第二单元反应器顶部的进料口,所述第二单元反应器底部的出料口分别连接所述第三单元反应器顶部的进料口和储罐。与现有技术相比,本实用新型提供的用于连续化生产高固含量聚合物产品的设备采用特定结构单元及连接关系,实现整体较好的相互作用,物料由第一单元反应器进料口进入反应器,预聚种子形成后通过溢流口进入第二单元反应器,达一定反应程度后由釜底间断式出料进入第三单元反应器或储罐,反应时第三单元反应器为独立单元,可自由调整反应条件和反应时间以实现目标产品的产出;该设备能够有效解决物料粘壁抱轴、反应热无法及时撤出、单釜产能低、操作复杂等难题,实现连续化高效生产高固含量聚合物产品。

[0030] 为了进一步说明本实用新型,结合附图1和具体实施方式对本实用新型作进一步详细说明,该实施例仅为本实用新型一部分实施例,而不是全部。

[0031] 实施例

[0032] 请参阅图1,图1为本实用新型提供的用于连续化生产高固含量聚合物产品的高效成套设备的结构示意图;其中,1-上封头、2-釜体、3-夹套内循环介质出口、4-夹套、5-夹套内导流板、6-釜内挡板、7-第一单元下层推进式搅拌桨、8-下封头、9-夹套内循环介质入口、10-物料溢流口、11-第一单元上层圆盘涡轮式搅拌桨、12-搅拌轴、13-第一单元单体进料口、14-驱动机构、15-第一单元催化剂进料口、16-第一单元溶剂进料口、17-第二单元溶剂进料口、18-第二单元物料进料口、19-第二单元出料口、20-第二单元反应器底部无死区球阀、21-第二单元下层锚式搅拌桨、22-第二单元上层推进式搅拌桨、23-第二单元单体进料口、24-第二单元与第三单元气相平衡管线、25-第二单元液位控制系统、26-第三单元单体进料口、27-锚叶、28-第三单元大螺带、29-第三单元小螺带、30-第三单元物料进料口。

[0033] 本实用新型实施例提供的成套设备由三个单元依次串联连接,第一单元釜体2上溢流口连接第二单元上封头1上进料口18,第二单元底部出料口19连接第三单元上封头1上进料口30或储罐。

[0034] 该成套设备材质可根据不同体系进行选择,腐蚀性较弱的体系可用304等,腐蚀性较强的,可用S316L及更高规格。

[0035] 第一单元釜体2,立式或卧式均可,长径比约1.6,釜体上部安装驱动机构14,上封头1无特殊需求,平盖、椭圆等类型均可,其上带有单体、溶剂、催化剂等进料口,均插入釜体下部,可避免物料短路问题,并增强混合效果,釜体中上部设有溢流口,装料系数0.8,下封头8使用椭圆封头,相对平底而言,配合搅拌不易形成流动死区。

[0036] 釜内设有双层搅拌,上层11可用涡轮式或圆盘涡轮式,圆盘涡轮式剪切作用大,可产生很强的径向流,增强气体在液相中混合程度,下层7推进式,增大轴向流,搅拌桨与挡板共同作用,利于气液相快速充分混合。

[0037] 釜内设有挡板6,可提高低固含量体系中搅拌混合效率。

[0038] 釜体2上设有夹套4,聚酮生产时冷却介质使用循环水即可,夹套内设有导流板5,可增大介质湍流程度,避免短路,提高换热效果。

[0039] 第二单元釜体2采用立式结构,高长径比2,釜体2上部安装驱动机构14,釜上封头1上带有单体、溶剂进料口,可通过调整溶剂等进料实现三个单元分别控制。

[0040] 下封头8采用锥形封头,因该单元物料固含量较高,约16%,粉末干物料存在40-50°休止角,为避免物料存积,所以选用大于休止角的60°锥形封头,利于粉末物料的出料,釜底设有无死区球阀19,便于高固含量物料的卸放,有效防止高固含量物料在釜底沉积堵塞。

[0041] 釜内设有双层搅拌,上层22可使用推进式,下层21使用锚式或框式,且尽可能贴近釜底,距离32mm,有效防止高固含量物料沉积釜底。

[0042] 为保证高低液位在合理范围内需严格控制液位,因此通过25对该单元进行液位控制,根据第二单元液位调节进第三单元的物料量,为实现物料出料速度可控从第二单元进入第三单元,两单元间设有气相平衡管线24。

[0043] 第三单元釜体2采用立式结构,釜体上部安装驱动机构14,上封头1上设有单体进料口,下封头8采用椭圆封头,不设釜底阀,选择顶部出料。

[0044] 釜内设有带两片锚叶的双双螺带搅拌桨,有效改善挂料、抱轴等问题。

[0045] 所公开的实施例的上述说明,使本领域专业技术人员能够实现或使用本实用新型。对这些实施例的多种修改对本领域的专业技术人员来说将是显而易见的,本文中所定义的一般原理可以在不脱离本实用新型的精神或范围的情况下,在其它实施例中实现。因此,本实用新型将不会被限制于本文所示的这些实施例,而是要符合与本文所公开的原理和新颖特点相一致的最宽的范围。

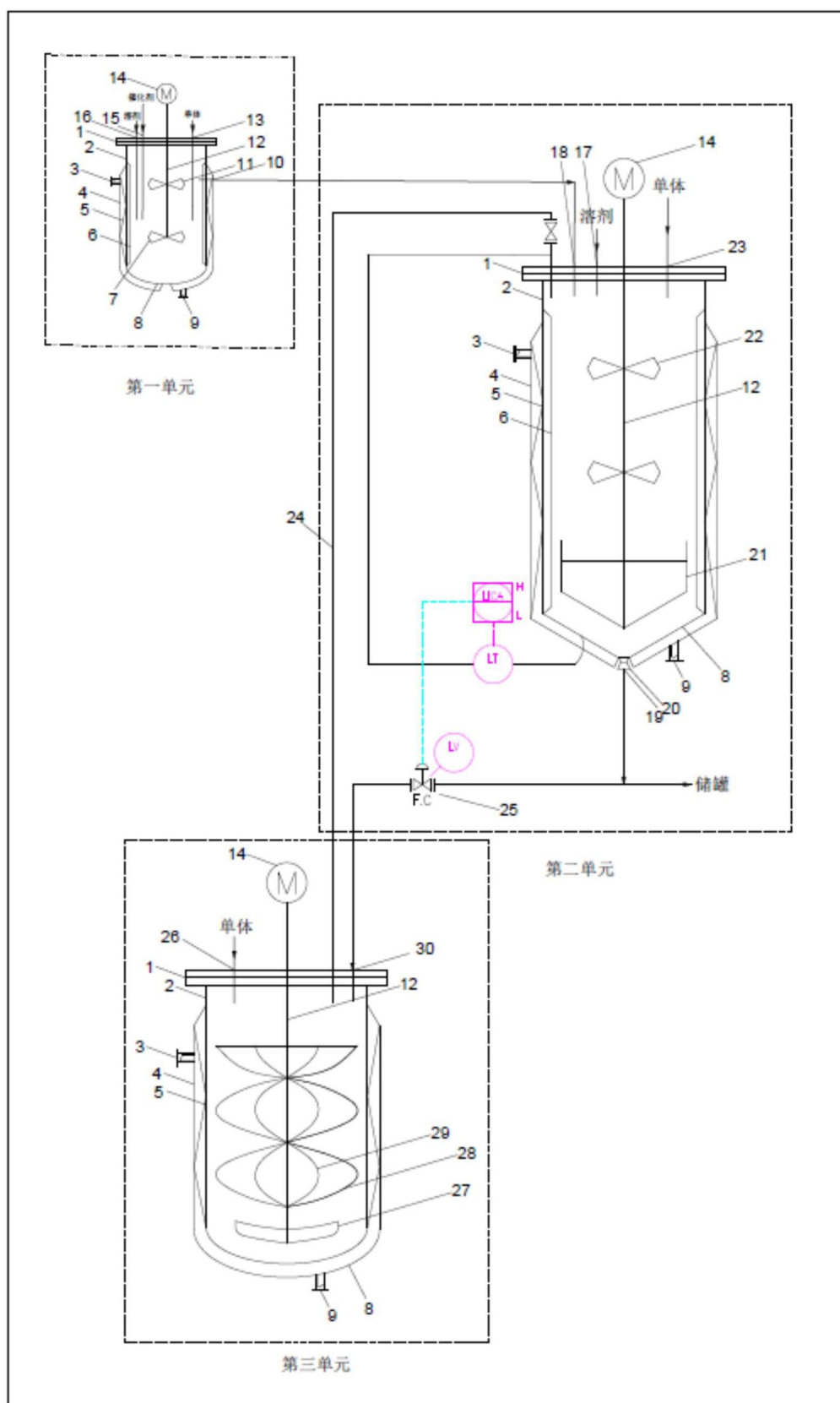


图1