



(12) 实用新型专利

(10) 授权公告号 CN 203474700 U

(45) 授权公告日 2014. 03. 12

(21) 申请号 201220757326. 5

(22) 申请日 2012. 11. 21

(30) 优先权数据

12191455. 0 2012. 11. 06 EP

61/722, 899 2012. 11. 06 US

(73) 专利权人 乌德·因文塔-费希尔有限责任公司

地址 德国柏林

(72) 发明人 E·西贝克 J·卡策尔

B·柯尼希斯曼 M·贝尔

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
72001

代理人 梁冰 杨国治

(51) Int. Cl.

C08G 69/46(2006. 01)

C08G 69/16(2006. 01)

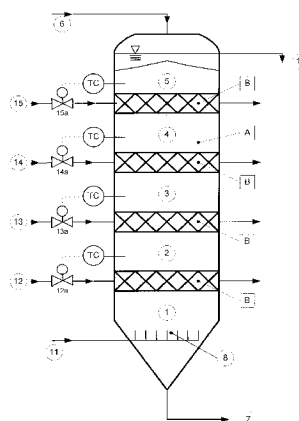
权利要求书2页 说明书13页 附图5页

(54) 实用新型名称

提取反应器

(57) 摘要

一种提取反应器,用于以液体方式提取粒状材料,该提取反应器包括:至少一个竖直延伸的流动管(A),该流动管具有多个水平构成的、完全地或部分地填充该流动管横截面的热交换器元件(B),粒状材料和提取液(11)能流经该热交换器元件,其中多个热交换器元件将该流动管(A)分成单个的竖直的分隔室(1、2、3、4、5);至少一个用于粒状材料的顶侧进口(6);至少一个用于粒状材料的底侧出口(7);至少一个用于提取液(11)的底侧进口(8)以及至少一个用于提取液(11)的顶侧出口(16)。



1. 一种提取反应器,所述提取反应器包括:至少一个竖直延伸的流动管(A),所述流动管具有多个水平构成的、完全地或部分地填充所述流动管横截面的热交换器元件(B),粒状材料和提取液(11)能流经所述热交换器元件,其中多个热交换器元件将所述流动管(A)分成单个的竖直的分隔室(1、2、3、4、5);至少一个用于粒状材料的顶侧进口(6);至少一个用于粒状材料的底侧出口(7);至少一个用于提取液(11)的底侧进口(8)以及至少一个用于提取液(11)的顶侧出口(16)。

2. 根据权利要求1所述的提取反应器,其特征在于,存在至少2个热交换器元件(B)。

3. 根据权利要求2所述的提取反应器,其特征在于,存在至少3个热交换器元件(B)。

4. 根据权利要求3所述的提取反应器,其特征在于,存在4至30个热交换器元件(B)。

5. 根据权利要求4所述的提取反应器,其特征在于,存在8至12个热交换器元件(B)。

6. 根据权利要求1至5中任一项所述的提取反应器,其特征在于,所述热交换器元件(B)沿竖直方向a)相互等距离地和/或b)相互之间间距不同地布置。

7. 根据权利要求1至5中任一项所述的提取反应器,其特征在于,所述热交换器元件选自盒式底板、插入式底板、蛇形管结构以及它们的组合组成的组。

8. 根据权利要求7所述的提取反应器,其特征在于,所述盒式底板包括9至96个单流动元件(100),所述单流动元件分别具有用于粒状材料和提取液(11)的单独的腔室(I)和用于热交换介质的被连接的腔室(II)。

9. 根据权利要求8所述的提取反应器,其特征在于,所述盒式底板包括33至61个单流动元件(100)。

10. 根据权利要求8所述的提取反应器,其特征在于,所述单流动元件(100)在流动方向/竖直方向具有正方形的或六角形的横截面和锥形的颗粒进口(101)、通道(102)以及锥形的颗粒出口(103)。

11. 根据权利要求1至5中任一项所述的提取反应器,其特征在于,用于提取液(11)的进口(8)包括液体分配器,被输入的提取液(11)能通过所述液体分配器在所述流动管(A)的整个横截面上进行分配。

12. 根据权利要求1至5中任一项所述的提取反应器,其特征在于,所述分隔室(1、2、3、4、5)中至少几个或全部都包括温度传感器(T_c),用于确定在各分隔室(1、2、3、4、5)中存在的粒状材料和/或提取液(11)的温度。

13. 根据权利要求1至5中任一项所述的提取反应器,其特征在于,每个热交换器元件(B)具有用于热交换介质的单独的进口(12、13、14、15),所述进口具有调节阀(12a、13a、14a、15a),通过所述调节阀能调节流经相应的热交换器元件(B)的热交换介质的量。

14. 根据权利要求1至5中任一项所述的提取反应器,其特征在于,每个热交换器元件(B)具有用于第一热交换介质的单独的第一进口(12、13、14、15)和用于第二热交换介质的单独的第二进口(22、23、24、25),其中第一介质和第二介质不同地定温,其中第一进口(12、13、14、15)和第二进口(22、23、24、25)分别成对地通过三通阀(12b、13b、14b、15b)分别与一热交换器元件(B)连接。

15. 根据权利要求1至5中任一项所述的提取反应器,其特征在于,每个热交换器元件(B)具有带有循环泵和热交换器的、用于热交换介质的单独的环路。

16. 根据权利要求1至5中任一项所述的提取反应器,其特征在于,多个热交换器元件

(B) 布置成一组热交换器元件(B),其中对于每组来说,一种热交换介质从每组的竖直地最上部的热交换器元件(B)开始依次串联地流经热交换器元件(B)。

17. 根据权利要求 16 所述的提取反应器,其特征在于,2 至 6 个热交换器元件(B)布置成一组热交换器元件(B)。

18. 根据权利要求 17 所述的提取反应器,其特征在于,2 至 3 个热交换器元件(B)布置成一组热交换器元件(B)。

19. 根据权利要求 1 至 5 中任一项所述的提取反应器,其特征在于,一种热交换介质从竖直地最上部的热交换器元件(B)开始依次串联地流经多个热交换器元件(B),其中,经过最后的热交换器元件(B)之后,所述热交换介质通过底侧进口(8)被引导到所述提取反应器中。

20. 根据权利要求 19 所述的提取反应器,其特征在于,所述热交换介质是提取液(11)。

21. 根据权利要求 1 至 5 中任一项所述的提取反应器,其特征在于,在最后的热交换器元件之后和在底侧进口(8)之前设置用于调节热交换介质的温度的热交换器(E)和/或泵(D)。

22. 根据权利要求 21 所述的提取反应器,其特征在于,所述热交换介质是提取液(11)。

23. 根据权利要求 21 所述的提取反应器,其特征在于,在唯一一个或每个热交换器元件(B)之后设置用于调节热交换介质的温度的热交换器(C)。

24. 根据权利要求 23 所述的提取反应器,其特征在于,所述热交换介质是提取液(11)。

提取反应器

技术领域

[0001] 本实用新型涉及一种用于提取粒状材料、特别是粒状聚酰胺的提取反应器，其中在提取时可通过一种提取液溶解的成分从粒状材料中提取出来。如果是聚酰胺-材料，则其例如是低聚物成分或单体成分，所述低聚物成分或单体成分在用于制造聚酰胺-材料的缩聚反应时保留在粒状材料中。

背景技术

[0002] 在缩聚聚酰胺 6（或共聚物含量 <30% 的聚酰胺 6）时保留在溶液中的原料的低聚物（OM）或单体、己内酰胺（和用于制造共聚物的原材料的 OM）必须在下流的提取-单元中被分离。OM 的含量大多处于 6 质量百分比之上，分离通常借助由一个阶段或多个阶段的提取过程来执行。在此，冷却的和要被粉碎成颗粒的聚合物以与提取液（通常具有不同含量的己内酰胺的水）对流的方式进行引导。在此，提取液吸收来自聚合物粒状材料的低聚物和单体（可提取的物质），可提取的物质的总含量在颗粒中降至 1 质量百分比之下。代替可提取的物质保留在聚合物中的提取液必须在随后的干燥阶段被去除。流动引导通常以下述方式，颗粒在渗床内被从上向下引导穿过提取容器，其中提取液被从下向上引导。颗粒和提取液的均匀流动可以通过插入件来确保。

[0003] 由于低聚物和单体在提取液中的溶解度不同，提取经常以分两个步骤实施。在第一阶段中，低聚物通过一种合适的提取液（大多为己内酰胺含量 5 至 50 质量百分比、优选 12 至 25 质量百分比的水）被分离。在另一个（或多个）提取阶段中，单体和残余的低聚物通过一种合适的提取液（大多是己内酰胺含量低于 0.5 质量百分比、优选 0.1 质量百分比的水）从聚合物中去除。

[0004] 在从聚酰胺 6（含有或不含共聚物）中提取低聚物和单体时确定与提取温度非常相关。原则上可以说，在更高的温度时提取速度越快和提取效果更好地提高。在实践中对提取温度进行调节，该提取温度稍微低于提取液的大气沸腾温度。

[0005] 在液体方式提取时不应被超过的最大提取温度通过高温时水环境中聚酰胺 6 的水解作用来规定。为了避免损害聚合物，在使用己内酰胺含量为直至 25 质量百分比的水作为提取液时和在保留时间多于 1h 时应避免 140℃、优选 130℃ 的提取温度。

[0006] 提取温度的另一个限制因素是提取柱内的通过流体静压力规定的局部沸腾温度。为了避免负面的过程作用，不能超过这个温度。

[0007] 为了进一步提高提取温度到提取液的大气沸点之上，可以使用多种可能性方案。

[0008] 1. 利用提取反应器的流体静压高度，提取液在进口处的温度略微低于提取液在提取柱进口处的局部沸腾温度，但是高于在提取柱顶部的大气沸腾温度。通过对流流动的颗粒来冷却提取液，从而提取液在出口处的温度任何时候都低于大气沸腾温度。但是当使用预提取容器分离低聚物时，颗粒的进入温度如此高，使得几乎不能冷却提取液。效率较低，因为只能使进入的提取液稍微过热。提取在无压力的容器内实现。

[0009] 由于在提取器的上部中的温度较低和单体浓度上升，提取液密度增加。存在流动

方向逆转的危险,其中重的液体从提取器的上部快速地流到提取器的下部内。颗粒流动分配被干扰且引起了不均匀的停留时间分配,带来质量损失。

[0010] 2. 利用提取反应器的流体静压高度,提取液在进口处的温度明显高于提取液在提取柱顶部上的大气沸腾温度,但是低于局部沸腾温度。在提取器的中间区域,一部分提取液被抽走并且在提取器外部冷却。之后,液体流在提取位置之上被重新输入到提取器内,从而产生提取液的混合温度,该混合温度等于或小于提取液的局部沸腾温度(参见例如 US 2010/0048860A1)。由此可以在提取器的下部中实现大于 120℃ 的最大提取温度,实际上产生两阶段提取。提取效率很高,因为提取器的下部能以高温运行。所述提取在无压力的容器内实现。

[0011] 由于在提取器的上部中温度明显较低和单体浓度上升,提取液密度大幅增加。产生明显的温度极限,与根据 1 所述的方法相比,其明显增大了流动方向逆转的危险。由此可能会危及到操作人员,因为过热的液体流到表面上并且在那里突然猛烈沸腾。颗粒流动分配被干扰并且引起了不均匀的停留时间分配,带来质量损失。

[0012] 3. 在压力提取时运行提取反应器。来自预提取阶段的颗粒借助泵压力泵入到提取器中,在那里由于较高的压力,在提取的整个过程中设定较高的温度(参见 DE10124579A1),而不会出现局部沸腾。由此产生非常高的提取效率,因为在提取器的整个高度上的温度可以被提高。通过将提取器设计成压力容器,产生了较高的费用和成本。

[0013] 由于在提取器的上部中的温度很低和单体浓度上升,提取液密度增加。存在流动方向逆转的危险,其中重的液体从提取器的上部快速地流到提取器的下部内。颗粒流动分配被干扰并且引起了不均匀的停留时间分配,带来质量损失。

[0014] 所有变型的共同点在于,它们具有内部的温度曲线,所述温度曲线仅与颗粒和提取液的进入温度以及在提取反应器的表面上的热损失相关。因此,不能调节温度梯度,该温度梯度单独地在最佳的情况下在提取器的任何高度上被调节到与提取液的局部沸腾温度的差距最小。

[0015] 通常,颗粒和提取液在提取器内的流动引导通过使用锥形插入件来实现(见图 2,来自:Fourne,Franz,“Synthetische Faser (合成纤维)”,München,Wien,1995)。这引起了容量的相关性,其与水平提取面以及进而与提取器的高度成比例关系。这意味着,在高容量(>100 吨 PA/天)时,提取器具有如此之大的结构高度,使得该容量被规定用于结构高度。即此前的提取器设计结构随着容量增大会在结构技术方面直接导致更高的成本。

实用新型内容

[0016] 本实用新型的目的是,研发一种提取反应器,该提取反应器能够在提取反应器的高度上调节各自的温度梯度。该提取反应器可以根据设备容量和在最终产品中期望的单体含量和低聚物含量自动进行调节。在相应的静压液体压力下,提取反应器内的最大温度在每个位置处都比提取液的沸腾温度低至少 0.5℃ (优选至少 2.0℃)。此外,也应在尽可能短的停留时间内达到,但是不能超过最大提取温度(例如,为了避免由于水解作用引起的产品损坏)。

[0017] 此外,本实用新型的目的是,提供一种提取方法,通过该提取方法特别是基于 PA6 (聚酰胺 6) 一聚合体的粒状材料能够以高效的方式和方法被提取,也就是说,释放单体成和

分低聚物成分。

[0018] 因此按照本实用新型,提取反应器尤其适合用于以液体方式提取粒状材料、例如聚酰胺和尤其优选基于聚酰胺 6 的聚酰胺。按照本实用新型的提取反应器在此包括至少一个竖直延伸的流动管,该流动管具有多个水平构成的、完全地或部分地填充流动管横截面的热交换器元件,粒状材料和提取液能流经所述热交换器元件,其中多个热交换器元件将流动管分成单个的竖直的分隔室。此外,提取反应器包括至少一个用于粒状材料的顶侧进口;至少一个用于粒状材料的底侧出口;至少一个用于提取液的底侧进口以及至少一个用于提取液的顶侧出口。

[0019] 因此,按照本实用新型的提取反应器借助竖直延伸的用于聚酰胺颗粒的流动管设计。颗粒被从上向下引导到被填充的床内。沿对流引导一种提取液。提取液通过在提取反应器的下端部上的适合的液体分配器在提取反应器的横截面上进行分配。下降的颗粒和上升的液体借助流动插入件(盒式底板)均匀地在直径上进行分配,从而针对液体和颗粒形成塞式流动(Pfropfenströmung)。

[0020] 因此,按照本实用新型的提取反应器能够通过最佳地使用体积而实现为此执行的提取方法的最大效率。

[0021] 通过本实用新型可以实现下述优点:

[0022] 可以在整个提取高度上调节提取液的温度。

[0023] 当把温度梯度调节到或稍微低于提取液的局部沸腾温度时,能以最大效率来调节各个温度梯度。

[0024] 通过由单流动元件组成的盒式底板进行的流动引导与提取容量无关地确保提取床高度,这一点实现了在高容量时较低的结构高度。

[0025] 即使在提取反应器的顶部与底部之间存在高密度差时,温度引导和流动引导也可以阻止流动逆转。

[0026] 此外,利用按照本实用新型的提取反应器可以确保,流动插入件能以下述方式设计,即提取反应器的所产生的高度与所需要的提取容量无关。

[0027] 按照一种优选实施方式,在提取反应器中存在至少 2 个、优选 3 个、更优选 4 至 30 个、特别是 8 至 12 个热交换器元件。

[0028] 提取反应器的另一种优选实施方式规定,热交换器元件沿竖直方向 a)相互等距地和/或 b)相互之间间距不同地布置。

[0029] 如果热交换器元件彼此之间间距不同,则可以根据提取液的温度、密度和浓度梯度来计算间距的调节,并以相应的方式和方法调节和实现热交换元件的间距。按照这种实施方式,可以使提取反应器的提取性能详细地与相应的要提取的颗粒相一致。热交换器元件可以固定地预先安装在提取反应器内,但是同样也可以考虑,热交换器元件在其高度上可以进行调节,从而使热交换器元件能够针对不同的提取目的在高度上进行变化。但是优选的是,热交换器元件固定地预先安装。

[0030] 用于前述的热交换器元件的示例性的实施方式选自由盒式底板、插入式底板、蛇形管结构以及它们的组合组成的组。

[0031] 在多个热交换器元件时可以规定,它们总是选自相同的组,但是同样也可以从前述可能性方案中选出不同的热交换器元件。

[0032] 特别优选地,热交换器元件在此是盒式底板。该盒式底板包括 9 至 96 个、优选 33 至 61 个单流动元件,该单流动元件分别具有用于粒状材料和提取液的单独的腔室和用于热交换介质的被连接的腔室。

[0033] 在此,特别有利的单流动元件在流动方向 / 竖直方向具有正方形的或六角形的横截面和锥形的颗粒进口、通道以及锥形的颗粒出口。

[0034] 优选地,盒式底板由单流动元件(正方形或六角形)组成,它们并排组成完整的底部。与反应器内壁之间的过渡部借助匹配的板材来封闭。由此形成封闭的、与颗粒 / 提取液一腔室分开的热介质腔室。热交换介质(优选水、水-酒精-混合物或水-己内酰胺-混合物)能通过接管从外部流经热介质腔室。由此,每个盒式底板都用作热交换器。

[0035] 盒式底板设计成由单流动元件组成的组合,这种设计导致提取床高度与其直径无关。各个流动元件可以如此设计,使得它们仅与密度差、流动速度、浓度差和与上一个或下一个流动元件的距离相关地来确保颗粒和液体流动均匀分配(vergleichmäßigen)。在此提取反应器的直径并不重要。如果提取容量提高——这导致提取反应器的直径变大,则单流动元件的数量也增加,而盒式底板的数量或其间距不必改变。即使在提取容量提高($\geq 3500\text{kg/h}$)时,由此得出了恒定的提取床高度。

[0036] 用于盒式底板设计方案的条件是,盒式底板由各个流动元件组成,所述流动元件并排组成完整结构。与单流动元件的尺寸和整个结构相对于整个结构的密度差相关地,来计算盒式底板与下一个、位于之上的盒式底板的水平距离。借此可以避免流动逆转。替代地,可以使用蛇形管结构,其如上述盒式底板那样具有对流动类似作用。

[0037] 在由于较高的提取容量而引起的较大的直径时,每个整体结构的各个流动元件的数量会改变,但是各个元件的尺寸不会改变。因此,在提取反应器内的全部流动元件的整个高度(提取反应器的圆柱长度)与整个提取容量无关。替代地,当提取反应器的直径较大时,蛇形管结构的直径被增大。

[0038] 盒式底板的数量与要实现的提取质量和提取反应器的长度相关地改变,介于 4 至 30 个、优选 8 至 12 个。在盒式底板内的单流动元件的数量可以介于 9 至 96、优选 33 至 61 个之间。

[0039] 用于提取液的进口优选包括液体分配器,被输入的提取液能通过所述液体分配器在所述流动管的整个横截面上进行分配。

[0040] 提取反应器的另一种优选的实施方式规定,分隔室中至少几个或全部都包括温度传感器(T_c),用于确定在各分隔室中的粒状材料和 / 或提取液的温度。

[0041] 此外还可能的是,每个热交换器元件具有:

[0042] a) 用于热交换介质的单独的进口,所述进口具有调节阀,通过所述调节阀能调节流经相应的热交换器元件的热交换介质的量,

[0043] b) 用于第一热交换介质的单独的第一进口和用于第二热交换介质的单独的第二进口,其中第一介质和第二介质不同地定温,其中第一进口和第二进口分别成对地通过三通阀分别与一热交换器元件连接,或

[0044] c) 带有循环泵和热交换器的、用于热交换介质的单独的环路。

[0045] 同样可以规定,多个热交换器元件以组的方式进行调温。这例如可以如此实现,使得多个热交换器元件、优选 2 至 6 个、特别优选 2 至 3 个热交换器元件通过下述方式组成热

换热器元件组,使得对于每组来说,一种热交换介质从每组的竖直地最上部的热交换器元件开始依次串联地流经热交换器元件。

[0046] 可以通过相同的方式和方法为多个热交换器元件并联地提供热交换介质。

[0047] 此外有利的是,一种热交换介质从竖直地最上部的热交换器元件开始依次串联地流经多个热交换器元件,所述热交换介质优选是提取液,其方式是:经过最后的热交换器元件之后,所述热交换介质、优选提取液通过底侧进口被引导到所述提取反应器中。

[0048] 在最后的热交换器元件(即沿从上向下的提取方向、包含在提取反应器内的最下部的热交换器元件)之后和在底侧进口之前优选设置用于调节热交换介质、优选提取液的温度的热交换器和/或泵。

[0049] 热交换器或泵在此包含在连接管路中或设置在其中,该连接管路将各个热交换器元件依次串联。

[0050] 同样可以规定,在各个热交换器元件以这种方式布置(串联)时,在每个热交换器元件之后设置用于调节热交换介质、优选提取液的温度的热交换器。

[0051] 提取反应器能够在环境压力下或在超压下运行(1.0bar 绝对压力至 3.0 bar 绝对压力,优选 1.0bar 绝对压力至 2.0bar 绝对压力)。

[0052] 载热介质通过盒式底板的流动引导能够以三种变型来实现(选项 1,2,3,分别具有 4 个调节回路的实例):

[0053] 选项 1:以恒定的载热介质温度流经每个盒式底板或盒式底板组:

[0054] 每个单个的盒式底板(或由直至 6 个盒式底板组成的组)具有单独的温度调节系统。在此,与盒式底板之上各个分隔室中的提取一介质温度相关地如此调节单个载热介质的流量,使得提取一介质温度达到期望值。同时,载热介质的温度在进口处保持恒定。

[0055] 选项 2:以恒定的载热介质流量流经:

[0056] 每个单个的盒式底板(或由直至 6 个盒式底板组成的组)具有单独的温度调节系统。在这里,与盒式底板之上的提取一介质温度相关地如此调节单个载热介质流的温度,使得在各分隔室内的提取一介质温度达到期望值。在此或者使用一在整个调节区域上具有恒定通流的三通混合阀(见附图),或者使用一利用泵驱动的载热介质一循环,其在盒式底板上具有恒定的溢流量和用于温度调节的热交换器。

[0057] 选项 3:利用比例流量在对流中的载热介质引导:提取液用作载热介质并且首先在提取液的对流中和在具有聚酰胺颗粒的顺流中按顺序引导通过各盒式底板 [B]。为了调节温度曲线,可以通过热交换器 [C] 来加热或冷却在各盒式底板之间的载热介质。当从最下面的盒式底板流出之后,载热介质在热交换器 [E] 中被引导到提取温度,并且必要时通过泵压力 [D] 作为提取液被引导到提取反应器 [A] 中。因为提取液量与被输入的颗粒量成比例地进行调节,所以载热介质量也与颗粒量成比例保持。由此温度曲线在整个容量区域上保持恒定。

[0058] 也可以把这 3 个选项组合。盒式底板 [B] 可以组成组,从而对于一组 2 至 6 个、优选 2 至 3 个盒式底板来说形成温度调节回路。载热介质按顺序被引导通过属于同一整体的盒式底板。

[0059] 本实用新型同样涉及一种利用前述的按照本实用新型的提取反应器从一种粒状材料、优选聚酰胺 6 颗粒或由聚酰胺 6 的共聚物制成的颗粒中提取能在提取液中溶解的单

体成分或低聚物成分、优选 ϵ -己内酰胺或低聚物聚酰胺 6 的方法,其中粒状材料通过至少一个顶侧进口被输送到竖直延伸的流动管内并且被竖直向下沿着至少一个底侧出口的方向引导和在那里从提取反应器中被取出,其中提取液通过至少一个底侧进口被输送到竖直延伸的流动管内并且与粒状材料对流地沿至少一个顶侧出口的方向进行引导并且在那里被取出,其中通过多个热交换器元件在流动管内产生竖直的温度梯度。

[0060] 因此,按照本实用新型的提取方法借助竖直的用于聚酰胺颗粒的流动管来执行。颗粒从上向下在被填充的床中进行引导。在此,在与颗粒流的对流中引导适合的提取液,该提取液能从颗粒中吸收(提取)单体和低聚物并携带它们离开反应器。可实现的提取质量主要与运行参数、温度、提取液中的浓度,溢流速度和停留时间相关。

[0061] 特别是在这种方法中规定,通过多个热交换器元件调节在流动管内在竖直方向上从上向下逐渐增加的温度。

[0062] 优选地,如此调节所述温度梯度,使得在给定的流体静压力下,提取液在所述流动管内的最大温度在每个位置处都处于提取液的沸点之下至少 0.5℃至 10℃、优选 2℃至 7℃。附加地可以如此调节所述温度梯度,使得快速达到给定的最大温度,但是不能超过所述最大温度(避免由于水解作用而导致材料损坏)。

[0063] 在流动管内存在的压力优选在 1.0 至 3.0 bar 绝对压力、优选 1.0 至 2.0 bar 绝对压力之间进行调节。

[0064] 相应的压力例如可以在提取反应器的顶部进行测量。之前所述的压力在此称为相对于绝对真空的绝对压力。

[0065] 该方法特别是能以下述三个变型方案来执行,其中每个热交换器元件具有:

[0066] a) 用于热交换介质的单独的进口,所述进口具有调节阀,通过所述调节阀能够调节流经相应的热交换器元件的热交换介质的量,其中,相同定温的热交换介质流经每个热交换器元件,并且每个热交换器元件或成组热交换器元件的介质量被改变,

[0067] b) 用于第一热交换介质的单独的第一进口和用于第二热交换介质的单独的第二进口,其中第一介质与第二介质不同地定温,其中第一进口和第二进口分别成对地通过三通阀分别与一热交换器元件连接,其中,通过用于每个热交换器元件或成组热交换器元件的第一介质与第二介质的不同混合比来调节定义的温度,或

[0068] c) 带有循环泵和热交换器的、用于热交换介质的单独的环路,其中用于每个热交换器元件或成组热交换器元件的介质的温度和/或量能单独地进行调节。

[0069] 特别是,所述温度梯度如此进行调节,使得一种热交换介质从竖直地最上部的热交换器元件开始依次串联地流经多个热交换器元件,所述热交换介质优选是提取液,其中,经过最后的热交换器元件之后,所述热交换介质、优选提取液通过底侧进口被引导到所述提取反应器中,并且在引入之前借助热交换器加热到预先给定的、在底侧进口处存在的提取温度。

[0070] 对在对流中运行的流动管内的温度进行的调节通过多个(4 至 30 个、优选 8 至 12 个)插入式底部(例如盒式底板)来实现,其用作热交换器。由此可以小步地(kleinschrittig)调节液体温度并且进而颗粒温度,从而可以在提取反应器的长度上调节几乎均匀的温度梯度。

[0071] 替代地,可以使用蛇形管结构用作热交换器,载热介质流经该蛇形管结构。

[0072] 提取液流的冷却或加热通过液态的载热介质(优选水)来实现,该载热介质在内侧流经盒式底板。

[0073] 由于小步的温度梯度,在流动插入件上仅会出现小的温差,所述温差导致在流动插入件上较小的密度差。导致流动逆转的动力相应地可能较小。

[0074] 盒式底板可以组成组,从而对于一组 2 至 6 个、优选 2 至 3 个盒式底板来说形成温度调节回路。载热介质按顺序被引导通过属于同一整体的盒式底板。载热介质通过提取反应器的引导能够以三种不同的变型来实现(参见选项 1、2、3,分别具有 4 个温度调节回路的实例)。

[0075] 选项 1:通过恒定温度进行调节:

[0076] 每个单个的盒式底板(或由直至 6 个盒式底板组成的组)具有单独的温度调节系统。在此,与盒式底板之上的提取一介质温度相关地如此调节各载热介质流的流量,使得提取一介质温度达到期望值。调节回路的数量介于 2 个和全部一盒式底板数量之间,优选 4 和 6 个之间。

[0077] 载热介质(12、13、14、15)的温度处于各提取液温度(2、3、4、5)之下。在提取反应器(1)的颗粒一输出区域中的温度通过提取液(11)的温度进行调节。提取液(16)的流出温度相当于由最上面的被调节的提取温度(5)和颗粒一进入温度(6)组成的混合温度。

[0078] 选项 2:通过恒定的流量进行调节:

[0079] 每个单个的盒式底板(或由直至 6 个盒式底板组成的组)具有单独的温度调节系统。在这里,与盒式底板之上的提取一介质温度相关地如此调节各载热介质流的温度,使得提取一介质温度达到期望值。调节回路的数量介于 2 个和全部一盒式底板数量之间,优选 4 和 6 个之间。

[0080] 当使用混合阀来调节温度(例如选项 2),其中载热介质温度由热介质与冷介质混合而得出,热介质的温度处于相应的分隔室内的相应的提取液温度之上。冷介质的温度处于相应的分隔室内的相应的提取液温度之下。提取反应器的颗粒一出口区域的温度由提取液的温度来调节。提取液的流出温度相当于最上面的被调节的提取液温度和颗粒一进入温度组成的混合温度。

[0081] 选项 3:利用比例流量在对流中的载热介质:

[0082] 提取液用作载热介质并且在提取液的对流中和在具有聚酰胺颗粒的顺流中按顺序引导通过各盒式底板。为了调节温度曲线,可以通过热交换器来加热或冷却在各盒式底板之间的载热介质。这与盒式底板之上提取一介质温度相关地实现。当从最下面的盒式底板流出之后,载热介质在热交换器中被引导到提取温度,并且必要时通过泵压力作为提取液被引导到提取反应器中。因为提取液量与被输入的颗粒量成比例地进行调节,所述载热介质质量也与颗粒量成比例地保持。由此温度曲线在整个容量区域上保持恒定。

[0083] 提取液温度(2、3、4、5)分别作为由从上面进入的颗粒的颗粒温度和提取液温度组成的混合温度来形成,提取液温度通过被加热的或被冷却的、从下面进入腔室的载热介质来调温。在提取反应器(1)的颗粒一输出区域中的温度由被加热的提取液(21)的温度来调节。提取液(16)的流出温度相当于由最上面的被调节的提取温度(5)和颗粒一进入温度(6)组成的混合温度。

[0084] 特别是:

- [0085] a) 使用水或一种由水和 ϵ -己内酰胺组成的混合物作为提取液,和 / 或
- [0086] b) 使用水、由水和能与水混合的酒精组成的混合物或由水和 ϵ -己内酰胺组成的混合物作为热交换介质。

附图说明

[0087] 借助下面的实施例和附图对本实用新型进行详细阐述,然而并不使本实用新型局限于所提出的参数。

[0088] 图 1 示出了按照本实用新型的提取反应器的第一种实施方式,

[0089] 图 2 示出了按照本实用新型的提取反应器的第二种实施方式,

[0090] 图 3 示出了按照本实用新型的提取反应器的第三种实施方式,

[0091] 图 4 示出了能安装在按照本实用新型的提取反应器内的盒式底板的俯视图,

[0092] 图 5 示出了图 4 中示出的盒式底板的各个流动元件的横截面,

[0093] 图 6 示出了一种温度梯度,其能通过按照本实用新型的提取反应器在整个高度实现。

具体实施方式

[0094] 图 1 示出了按照本实用新型的提取反应器的第一种实施方式。在此,提取反应器包括一竖直设置的流动管 A,在所述流动管内,沿竖直方向延伸地插入多个、在图 1 的实例中总共 4 个热交换器元件 B。热交换器元件在此填充流动管 A 的整个横截面。在图 1 中,这些热交换器元件 B 等距离地设置。流动管 A 通过热交换器元件 B 被分成单个的分隔室 1、2、3、4、5。提取反应器具有顶侧进口 6,可以通过该进口向提取反应器输送粒状材料,例如 PA6 颗粒(聚酰胺 6 颗粒)。从顶部输送的粒状材料从上向下经过提取反应器,同时在提取反应器被提取并且在底侧出口 7 离开提取反应器。此外,提取反应器具有底侧设置的用于提取液 11 的进口 8,其中,底侧进口 8 在最后的热交换器元件之后、即作为最下面的热交换器元件设置在提取反应器中。通过提取液 11 的进口 8 可以在底侧将提取液 11 输送到提取反应器中。提取液在此从下向上流经提取反应器并且通过在顶侧设置的出口或者说排出口 16 从提取反应器提取。因此,可以利用按照本实用新型的提取反应器以对流的方式进行提取。

[0095] 现在按照图 1 示出的实施方式规定,每个热交换器元件 B 通过一单独的进口 12、13、14、15 可以由一种热交换介质流经。针对一种相应的热交换流体,每个热交换器元件 B 同样具有一单独的出口。在此,针对每个进口处 12、13、14、15 可借助单独的阀 12a、13a、14a、15a 来控制对流经相应的热交换器元件 B 的热交换介质量的调节。每个阀例如也可以通过温度传感器 TC 进行控制,从而例如可以在每个分隔室 2、3、4、5 中调节预先设定的温度并且可以通过调节一种流经相应的热交换器元件 B 的热交换流体的流量或温度来调节在分隔室内预先设定的温度。

[0096] 图 2 示出了按照本实用新型的提取反应器的另一种实施方式。在此,已经在图 1 中应用的相同的元件具有相同的附图标记。根据图 2 的提取反应器与根据图 1 的实施方式的不同之处在于不同的操控方式或者说以不同的方式向热交换器元件 B 供应热交换介质。在此,每个热交换器元件 B 具有两个单独的进口 12 和 22、13 和 23、14 和 24 或 15 和 25,通过这些进口可以风别向各自的热交换器元件 B 输送两种不同的热交换介质。例如可以规定,

第一介质 12、13、14、15 的温度高于第二介质 22、23、24、25 的温度。通过两种经由各自的进口 12 和 22、12 和 23、14 和 24 或 15 和 25 输送的第一介质和第二介质的各自的混合比—其可以通过相应的三通阀或混合阀 12b、13b、14b、15b 来调节,可以将各个热交换器元件 B 调节到不同的温度。在此分别流经热交换器元件 B 的介质的总量在此可以恒定地保持,但是也可以变化。

[0097] 根据本实用新型,图 3 示出了按照本实用新型的提取反应器的另一种实施方式。如已经在前面的附图中描述的那样,在此用相同的附图标记来标注相同的元件。根据图 3 的实施方式与之前的实施方式的不同之处在于,以不同的方式向相应的热交换器元件 B 供应热交换介质。在图 3 的实例中,热交换介质从最上面的热交换器元件开始按顺序流经各个热交换器元件 B。在流经最后的热交换器元件 B 之后,热交换介质在此经由底侧进口 8 被输送给提取反应器。因此根据这种实施方式,所使用的热交换介质是提取液 11。在流过最上面的第一热交换器元件 B 之后,热交换介质或提取液 11 通过单独的管路被输送给第二热交换器元件 B。在此在该管路内,即在第一热交换器元件 B 与第二热交换器元件 B 之间可以设置热交换器 C,通过该热交换器可以对热交换介质或提取液 11 进行调温。附加地,根据图 3 的提取反应器具有泵 D,其设置在热交换介质或提取液 11 的液体行程中。在泵 D 的下游同样连接热交换器元件 E。

[0098] 图 4 和图 5 示出了盒式底板,所述盒式底板可以作为热交换器元件 B 应用在例如如图 1 至图 3 中所示的提取反应器内。在图 4 中从上面示出了相应的盒式底板的俯视图,而在图 5 中示出了两个单流动元件的横截面。在图 4 中示出了一种实施方式,其中将相应的盒式底板以填满横截面的方式装入到流动管 A 中。盒式底板 B 在此包括多个彼此接合的单流动元件 100,在图 4 的实例中是 48 个,它们填满流动管的整个面。没有被流动元件 100 填充的区域 104 在此可以通过连续的板材来封闭,从而每种流经管的液体或颗粒必须通过相应的盒式底板 B 的单流动元件 100。在此,每个单流动元件具有锥体 101,通过该锥体可以在流动方向从上向下实现流入到单流动元件 100 中。该锥体 101 通入到通道 102 中,该通道又通入到同样是锥形的出口 103 中。在按照图 4 的示例性实施方式中,全部单流动元件 100 具有正方形的俯视图(参见图 4),然而同样可以考虑单流动元件 100 的其它几何形状,例如六边形几何形状。

[0099] 由于锥体 101 逐渐变细而成为通道 102,在单流动元件的进口面和出口面之间形成腔室 I,例如颗粒或提取液被引导通过该腔室,以及形成中间腔室 II,一种进行调温的介质可以被引导通过该中间腔室。因此,可以通过热介质腔室 II 对盒式底板进行调温。

[0100] 图 6 示出了能够通过按照本实用新型的提取反应器实现的温度梯度。这种提取反应器在此具有 10 个热交换器元件 B,通过所述热交换器元件可以分别对提取液进行调温。在横坐标上标出了提取反应器的单位为 m (米) 的高度,在此所述高度从上向下进行测量。在纵坐标上标出了所使用的提取介质的理论沸腾温度(上面的测量曲线),沸腾温度如所示在提取介质的流体静压力下随着高度逐渐增加而向上升高。下面的曲线在此说明了提取介质的实际被调节的提取温度,其通过相应的热交换器元件 B 来定温。

[0101] 实例 1

[0102] 使用根据位置 10 的提取柱或者说提取塔(Extraktionskolonne),其中提取液在与颗粒的顺流中被从上向下引导经过提取柱的全部盒子(盒流)。当提取液流出之后,所述

提取液通过热交换器被加热到进入温度。通过叶轮泵(Kreiselpumpe)输送所述提取液。

[0103] 可选择地,提取液可以被直接引导到提取主室中,而没有事先被导向通过盒式底板。盒式底板由此不会施加冷却或加热影响。提取柱具有 6 个盒式底板。在盒子 3 和 4 之间(从下面数),盒流(Kassettenstrom)可以借助管束式热交换器通过热蒸汽来加热。测温装置被安装在最下面的盒式底板之下和每个盒式底板之上。

[0104] 布置:

[0105] 提取器直径 :600mm

[0106] 盒式底板数量 :6 个

[0107] 每个盒式底板的盒式元件的数量 :4 个

[0108] 盒式底板的距离 :等距

[0109] 颗粒流 :60 kg / h

[0110] 提取液流 :65 kg / h

[0111] 颗粒在提取器中的停留时间 :~13 小时

[0112] 提取前颗粒方面提取物含量 :9.2%

[0113] 提取前提取液的提取物含量 :~0.0%

[0114] 进口处颗粒的温度 :95℃。

	没有盒流的情况下运行	有盒流没有中间加热的情况下运行	有盒流有中间加热的情况下运行
提取液进入盒式底板	—	99.5℃	99.5℃
提取液流出	98℃	97.5℃	98℃
在盒子 6 之上的温度	98℃	97℃	98℃
在盒子 5 之上的温度	99℃	98℃	99℃
在盒子 4 之上的温度	100℃	99℃	101℃
在盒子 3 之上的温度	100℃	100℃	104.5℃
在盒子 2 之上的温度	101℃	101℃	106℃
在盒子 1 之上的温度	102℃	103℃	107℃
提取液进入主提取器	102℃	111℃	111℃
颗粒输出温度	102℃	108℃	110℃
提取后颗粒的提取物含量	0.8%	0.6%	0.3%

[0115] 实例 2

[0116] 使用根据位置 10 的提取柱,其中提取液在与颗粒的顺流中被从上向下引导经过提取柱的全部盒子(盒流)。当提取液流出之后,所述提取液通过热交换器被加热到进入温度。通过叶轮泵输送所述提取液。

[0117] 可选择地,提取液可以被直接引导到提取主室中,而没有事先被导向通过盒式底

板。盒式底板由此不会施加冷却或加热影响。提取柱具有 9 个盒式底板。在盒子 3 和 4 之间,以及 6 和 7 之间(从下面数),盒流可以借助管束式热交换器通过热蒸汽来加热。测温装置被安装在最下面的盒式底板之下和每个盒式底板的上面。

[0118] 布置:

[0119] 提取器直径 :2000 mm

[0120] 盒式底板数量 :9 个

[0121] 每个盒式底板的盒式元件的数量 :16 个

[0122] 颗粒流 :2500 kg / h

[0123] 提取液流 :65 kg / h

[0124] 颗粒在提取器中的停留时间 :~11 小时

[0125] 提取前颗粒方面提取物含量 :9.2%

[0126] 提取前提取液的提取物含量 :~0.0%

[0127] 进口处粒状材料的温度 :98℃。

	没有盒流的情况下运行	有盒流没有中间加热的情况下运行	有盒流有中间加热的情况下运行
提取液进入盒式底板	—	95℃	95℃
提取液流出	98℃	98℃	98℃
提取液进入主提取器	102℃	128℃	128℃
颗粒输出温度	102℃	121℃	125℃
提取后颗粒的提取物含量	0.4%	0.2%	0.13%

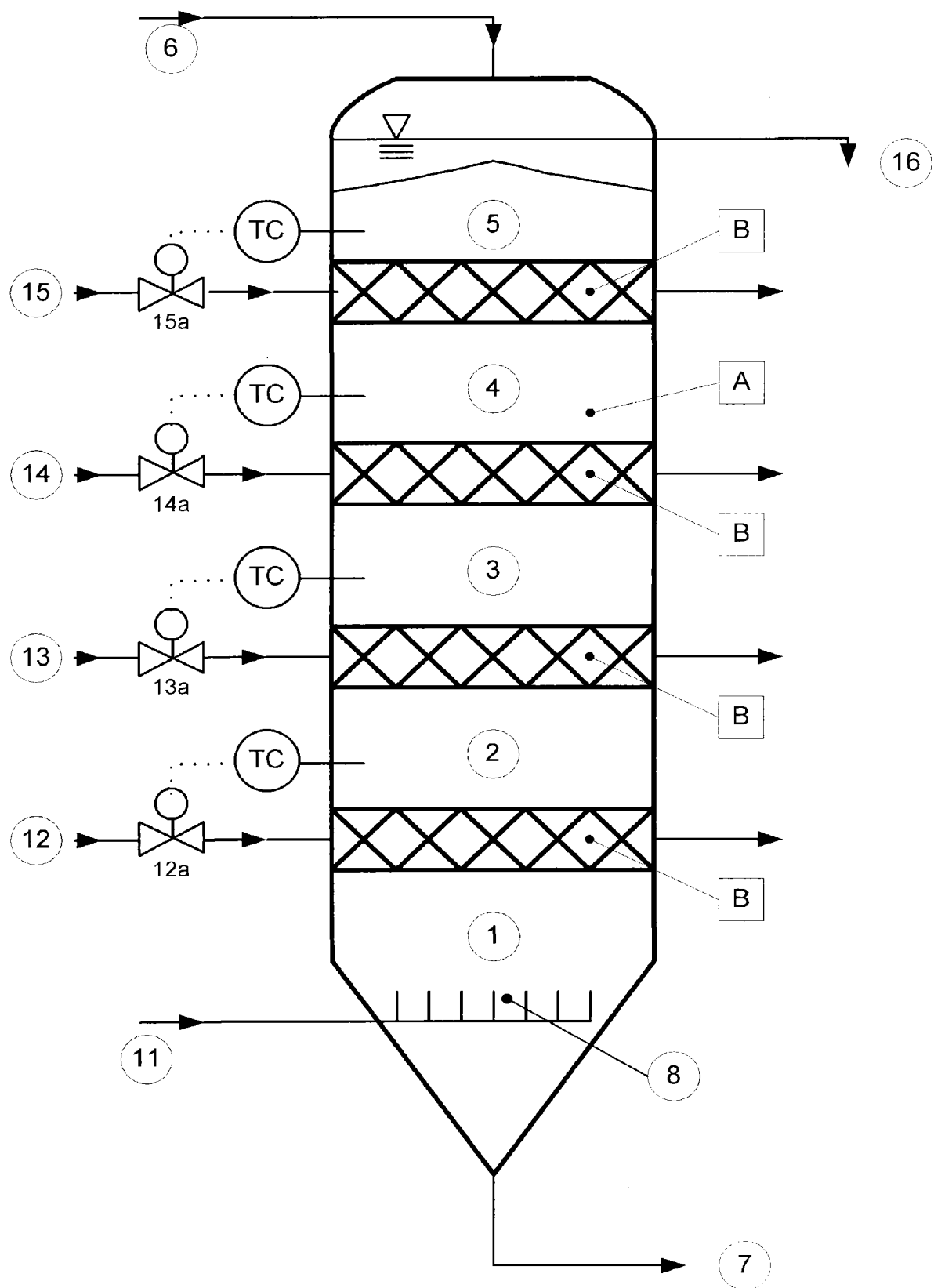


图 1

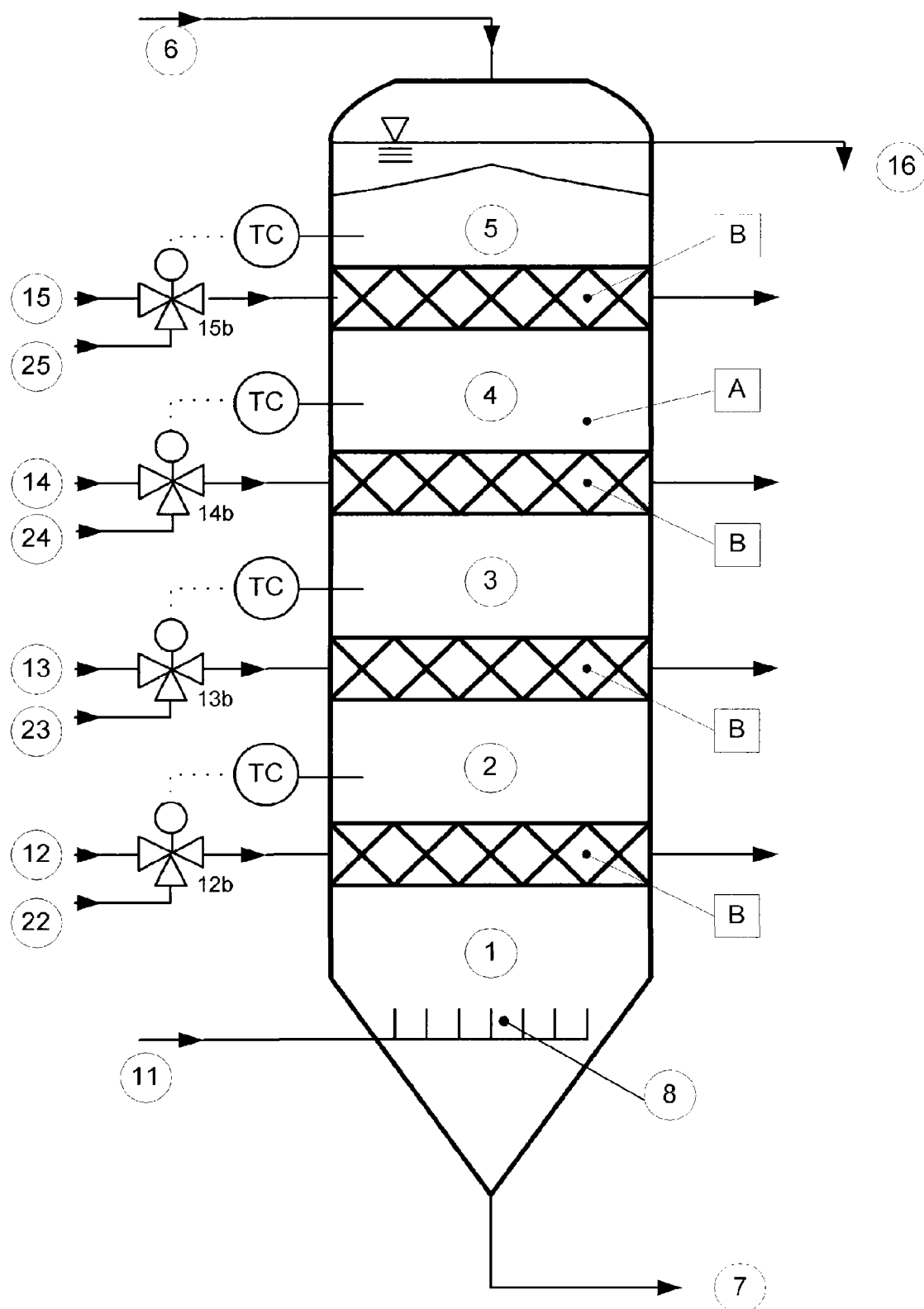


图 2

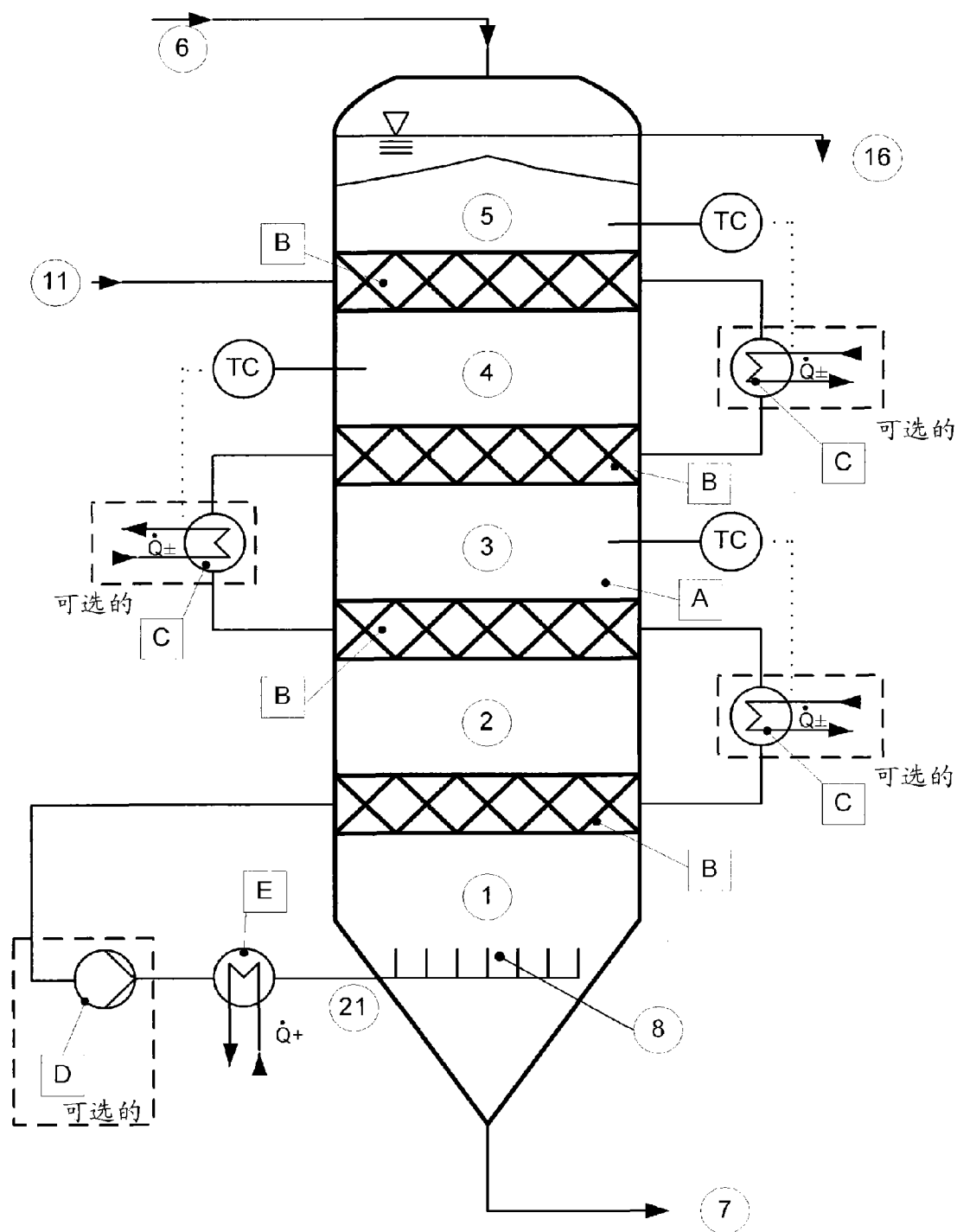


图 3

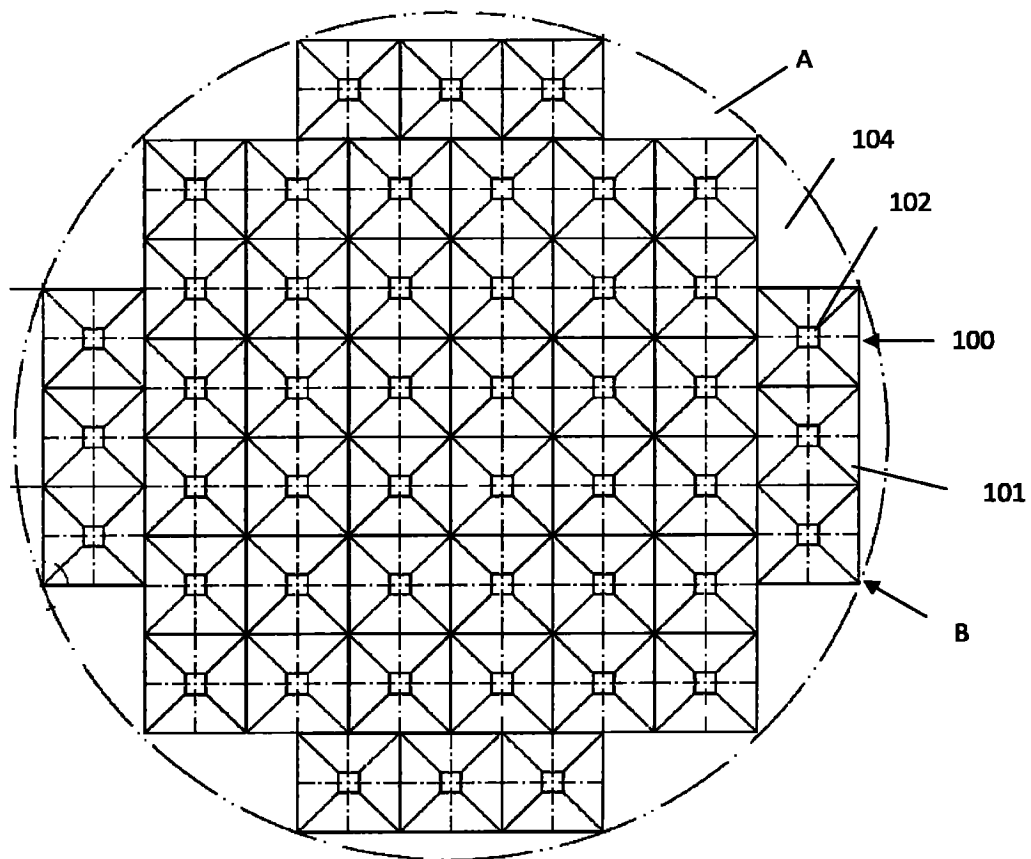


图 4

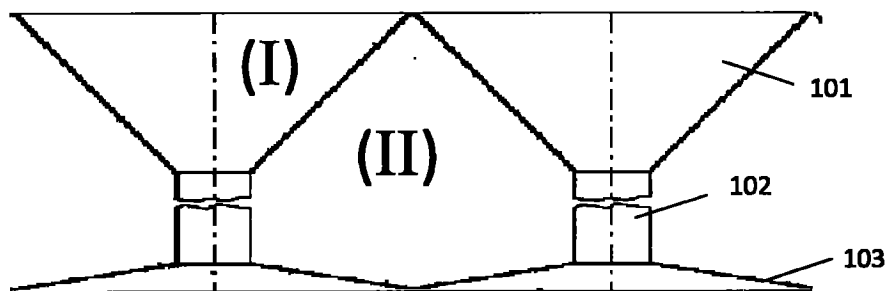


图 5

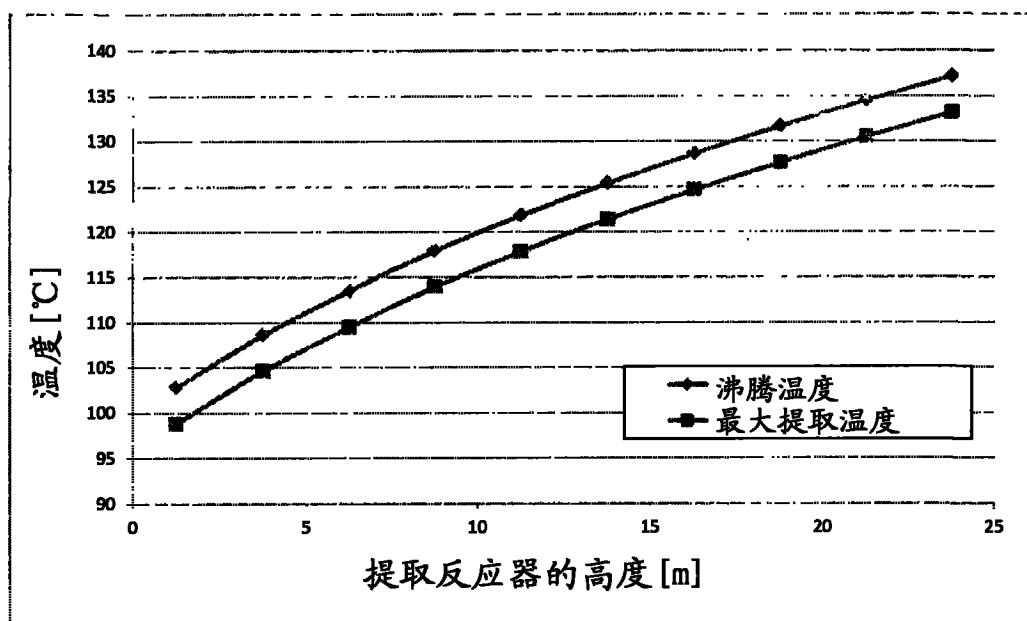


图 6