

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C08G 63/78 (2006.01)

B01J 19/24 (2006.01)



# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200480022596.X

[43] 公开日 2006 年 9 月 13 日

[11] 公开号 CN 1832979A

[22] 申请日 2004.5.26

[21] 申请号 200480022596.X

[30] 优先权

[32] 2003. 6. 6 [33] US [31] 10/456,212

[86] 国际申请 PCT/US2004/016468 2004. 5. 26

[87] 国际公布 WO2004/111104 英 2004. 12. 23

[85] 进入国家阶段日期 2006. 2. 6

[71] 申请人 伊斯曼化学公司

地址 美国田纳西州

[72] 发明人 B·R·德布瑞恩

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 范 赤 段晓玲

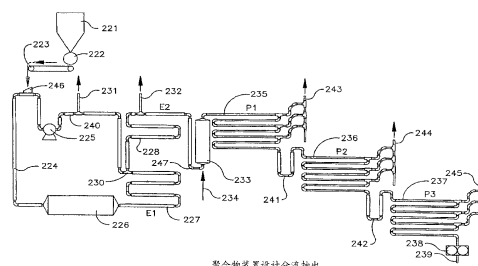
权利要求书 9 页 说明书 100 页 附图 27 页

## [54] 发明名称

使用管式反应器的聚酯工艺

## [57] 摘要

本发明涉及聚酯工艺，其中将管式反应器用于酯化、缩聚、或同时用于酯化与缩聚过程。本发明的管式反应器工艺大大优于先有技术工艺，包括改善的传热、容量调节、搅拌与分离功能。



1. 一种制备物质组合物的工艺，所述工艺包括：

(a) 由液态流生成气态流；

(b) 在管式反应器中由液态流与气态流形成层流流态；和

5 (c) 在近似其中液态与气态流呈层流形式的位置从液态流中分离出至少一部分气态流。

2. 根据权利要求 1 的工艺，其中在步骤 (a) 中生成的所述气态流基本上是层流流态中存在的仅有的气相流。

3. 根据权利要求 1 的工艺，其中所述层流流态在管式反应器基本  
10 上水平的段中形成。

4. 根据权利要求 1 的工艺，其中步骤 (a) 包括使至少一部分液态流在管式反应器中反应从而生成气态流。

5. 根据权利要求 4 的工艺，其中所述反应包括酯化。

6. 根据权利要求 4 的工艺，其中所述反应包括预缩合。

15 7. 根据权利要求 4 的工艺，其中所述反应包括在液态流中形成物质组合物。

8. 根据权利要求 7 的工艺，其中所述物质组合物具有对苯二甲酸酯部分。

9. 根据权利要求 7 的工艺，其中所述物质组合物是缩聚物。

20 10. 根据权利要求 7 的工艺，其中所述物质组合物是聚酯。

11. 根据权利要求 7 的工艺，其中所述物质组合物是 PET。

12. 根据权利要求 1 的工艺，其中步骤 (a) 包括加热所述液态流从而使其一部分汽化。

13. 根据权利要求 1 的工艺，其中步骤 (c) 包括从管式反应器中排  
25 出所述至少一部分气态流。

14. 根据权利要求 1 的工艺，其中步骤 (c) 包括降低液态和气态流的流速从而使所述液体与气态流分离。

15. 根据权利要求 1 的工艺，进一步包括：

(d) 通过在管式反应器中产生压差而使气态与液态流在管式反应  
30 器中向上传输。

16. 根据权利要求 1 的工艺，其中所述管式反应器具有通常蛇形结构。

17. 一种制备缩聚物的工艺, 所述工艺包括:

(a) 使液态单体和/或液态低聚物在管式反应器中缩合从而生成气态缩合副产物和含有缩聚物的液态缩合混合物;

5 (b) 使所述液态缩合混合物和气态缩合副产物流过管式反应器的至少一部分, 其流动流态选自层流、波流、段塞流、活塞流、泡流、沫状流、及其组合。

18. 根据权利要求 17 的工艺, 其中所述流态是层流。

19. 根据权利要求 17 的工艺, 进一步包括以下步骤:

(c) 从液体中分离出至少一部分气态缩合副产物。

10 20. 根据权利要求 19 的工艺, 其中步骤 (c) 包括降低气态缩合副产物和液态缩合混合物的流速。

21. 根据权利要求 19 的工艺, 进一步包括以下步骤:

(d) 从管式反应器中除去分离出的气态缩合副产物。

22. 根据权利要求 17 的工艺, 其中所述缩聚物是聚酯。

15 23. 根据权利要求 17 的工艺, 其中所述缩聚物是 PET。

24. 根据权利要求 17 的工艺, 进一步包括以下步骤:

(e) 在另一个管式反应器中形成液态单体和/或液态低聚物。

25. 根据权利要求 24 的工艺, 其中所述形成包括酯化。

26. 一种制备物质组合物的工艺, 所述工艺包括:

20 (a) 在管式反应器中酯化液态反应物, 从而生成气态反应副产物和含有所述酯化的酯反应产物的液态反应混合物; 和

(b) 使所述液态反应混合物和气态反应副产物流过管式反应器的至少一部分, 其流动流态选自层流、波流、段塞流、活塞流、泡流、沫状流、及其组合。

25 27. 根据权利要求 26 的工艺, 其中所述流动流态选自泡流、沫状流、层流、及其组合。

28. 根据权利要求 26 的工艺, 其中所述流动流态是层流。

29. 根据权利要求 26 的工艺, 进一步包括:

(c) 从液体反应混合物中分离出至少一部分气态反应副产物。

30 30. 根据权利要求 29 的工艺, 其中步骤 (c) 包括降低气态反应副产物和液态反应混合物的流速。

31. 根据权利要求 29 的工艺, 进一步包括以下步骤:

(d)从管式反应器中除去分离出的气态反应副产物。

32.根据权利要求 26 的工艺,其中所述酯反应产物包括对苯二甲酸酯部分。

33.根据权利要求 26 的工艺,进一步包括以下步骤:

5 (e)在另一个管式反应器中将所述酯反应产物缩聚,从而形成缩聚物。

34.根据权利要求 33 的工艺,其中所述缩聚物是 PET。

35.由多种反应物制备酯的工艺,其包括:

(a)提供具有第一进口和第一出口的酯化管式反应器;

10 (b)在酯化反应条件下在紧邻酯化管式反应器的第一进口处加入反应物并形成两相流,由此使反应物通过酯化管式反应器形成液相和汽相,其中酯化管式反应器在至少一种选自如下所述的流态下操作:泡流、活塞流、层流、波流、段塞流、分散流和沫状流,且其中至少一部分反应物形成酯单体。

15 36.权利要求35的工艺,其中至少一部分酯单体在酯化管式反应器中反应形成酯低聚物。

37.权利要求36的工艺,进一步包括:

(c)使酯低聚物在缩聚管式反应器中、在缩聚反应条件下反应,其中至少一部分低聚物形成聚酯。

20 38.权利要求35的工艺,进一步包括:

(c)使酯单体在缩聚管式反应器中、在缩聚反应条件下反应,其中至少一部分酯单体形成酯低聚物。

39.权利要求38的工艺,进一步包括:

25 (c)使酯低聚物在缩聚管式反应器中、在缩聚反应条件下反应,其中至少一部分低聚物形成聚酯。

40.权利要求35的工艺,其中所述反应物包括二酸或二酸前体与二醇或二醇前体。

30 41.权利要求40的工艺,其中所述二酸或二酸前体选自具有8-14个碳原子的芳族二羧酸,具有4-12个碳原子的脂肪族二羧酸,和具有8-12个碳原子的环脂族二羧酸和这些二酸的酯;其中所述二醇或二醇前体选自具有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。

42. 权利要求40的工艺, 其中所述二酸或二酸前体与所述二醇或二醇前体选自: 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-丙二醇, 二羧酸, 琥珀酸, 戊二酸, 己二酸, 壬二酸, 对苯二甲酸二甲酯, 乙二醇, 二甘醇, 三甘醇, 1, 4-环己烷-二甲醇, 丙烷-1, 3-二醇, 戊烷-1, 5-二醇, 己烷-1, 6-二醇, 新戊二醇, 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-乙基己二醇-(1, 3), 2, 2-二乙基丙烷-二醇-(1, 3), 己二醇-(1, 3), 1, 4-二(羟乙氧基)-苯, 2, 2-二(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, 2-二(3-羟乙氧基苯基)-丙烷, 2, 2-二(4-羟丙氧基苯基)-丙烷, 异山梨醇, 对苯二酚, BDS-(2, 2-(磺酰基双)-4, 1-亚苯基氧))二(乙醇), 及其混合物。

43. 权利要求35-42中任何一项的工艺, 其中所述酯是聚(对苯二甲酸乙二酯)。

44. 权利要求40、41或42的工艺, 其中所述二酸或二酸前体选自对苯二甲酸与对苯二甲酸二甲酯, 所述二醇是乙二醇。

45. 权利要求35-39中任何一项的工艺, 其中至少一个管式反应器具有再循环一部分工艺流体的装置, 且该工艺包括将一部分工艺流体再循环至酯化管式反应器。

46. 权利要求37-39中任何一项的工艺, 其中至少一个管式反应器具有再循环一部分工艺流体的装置, 且该工艺包括将一部分工艺流体再循环到缩聚管式反应器。

47. 权利要求45的工艺, 进一步包括将至少一种反应物加入到再循环工艺流体中。

48. 权利要求37、38、或39中任何一项的工艺, 其中缩聚管式反应器具有多个区或段, 和该工艺包括在压差下操作至少两个区或段。

49. 权利要求35-39中任何一项的工艺, 进一步包括从至少一个管式反应器中除去部分蒸汽。

50. 权利要求49的工艺, 包括在泡流或沫状流态下操作酯化管式反应器。

51. 权利要求48的工艺, 包括在层流流态下操作缩聚管式反应器。

52. 权利要求35的工艺, 进一步包括向管式反应器中加入至少一种选自以下所述的物质: 催化材料, 色素, 调色剂, 颜料, 炭黑, 玻璃纤维, 填充剂, 冲击改性剂, 抗氧化剂, 稳定剂, 阻燃剂, 再加热助剂, 降乙醛化合物, 除氧化合物, 吸收UV化合物, 改善遮挡添加剂, 黑色氧化铁, 及其混合物。

53. 权利要求35-39、50、或51的工艺, 其中管式反应器是基本上空的管道。

54. 权利要求35-39中任何一项的工艺, 其中酯化管式反应器在操作时, 在第一进口和第一出口之间有压力分布的条件下操作, 且其中第一进口的压力高于第一出口处的压力。

55. 权利要求54的工艺, 其中压力分布通过酯化管式反应器内部的静压建立。

56. 权利要求37-39中任何一项的工艺, 进一步包括控制酯化工艺和缩聚工艺之间的压力, 这一控制是使用与酯化管式反应器和缩聚管式反应器保持流体连通并放置在两者之间的料封管实现的。

57. 权利要求56的工艺, 进一步包括加热在所述料封管中的流体。

58. 权利要求57的工艺, 其中料封管中流体被加热到沸点温度。

59. 权利要求49的工艺, 进一步包括从除去的蒸汽中回收反应物以形成贫反应物的塔顶产物和富反应物的塔底产物。

60. 权利要求49的工艺, 进一步包括将除去的蒸汽在氧化器中氧化, 所述氧化器选自传热介质炉, 焚烧炉或热氧化炉。

61. 权利要求59的工艺, 进一步包括将贫反应物的塔顶产物在氧化器中氧化, 所述氧化器选自传热介质炉, 焚烧炉或热氧化炉。

62. 权利要求59的工艺, 进一步包括将富反应物的塔底产物再循环到酯化管式反应器。

63. 权利要求59-62中任何一项的工艺, 其中至少一种所述反应物是二醇。

64. 权利要求35-39中任何一项的工艺, 进一步包括将所述管式反应器改型到具有至少一个连续搅拌釜式反应器的传统聚酯工艺中。

65. 由多种反应物制备聚酯的工艺, 其包括:

(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, 在紧邻第一进口处向酯化管式反应器中加

入反应物并形成两相流，因而反应物穿过酯化管式反应器形成液相和汽相，其中酯化管式反应器在至少一种以下流态下操作，所述流态选自泡流，活塞流，层流，波流，段塞流，分散流和沫状流，且其中至少一部分反应物形成酯单体；

5 (c)使单体在缩聚管式反应器中在缩聚反应条件下反应，其中至少一部分酯单体形成低聚物；和

(d)使低聚物在缩聚管式反应器中在缩聚反应条件下反应，其中至少一部分低聚物形成聚酯。

66.用于制备酯单体、酯低聚物或聚酯中至少一种的设备，其包括：具有进口、出口和内部的管式反应器，酯单体、酯低聚物或聚酯中的至少一种的反应物流过该管式反应器，其中所述反应物在至少一种下述流态中反应，所述流态选自泡流，活塞流，层流，波流，段塞流，分散流和沫状流。

67.权利要求66的设备，其中管式反应器是具有第一进口、第一出口、第一内表面和用于流通反应物的第一内部的酯化管式反应器。

68.权利要求66的设备，其中管式反应器是具有第二进口、第二出口、第二内表面和用于流通反应物的第二内部的缩聚管式反应器。

69.权利要求66的设备，其中管式反应器包括：

20 (a)具有第一进口、第一出口、第一内表面、和用于流通反应物的第一内部的酯化管式反应器；和

(b)具有第二进口、第二出口、第二内表面、和用于流通反应物的第二内部的缩聚管式反应器。

70.权利要求67-69中任何一项的设备，进一步包括附着在至少一个内表面上的限流装置。

25 71.权利要求70的设备，其中限流装置包括用于部分阻挡流体流动的堰。

72.权利要求69的设备，其中第二进口与第一出口保持流体连通。

73.权利要求67或69的设备，其中第一出口位于第一进口上方。

30 74.权利要求67-69中任何一项的设备，进一步包括将至少一部分流体物料在至少一个管式反应器中再循环的装置。

75.权利要求67或69的设备，进一步包括用于再循环至少一部分流体物料的装置，其中再循环装置包括流入口与排出口，且其中排出口

与酯化管式反应器保持流体连通。

76. 权利要求75的设备, 其中再循环装置排出口位于紧邻酯化管式反应器的第一进口。

5 77. 权利要求66-69或71的设备, 进一步包括用于从至少一部分内部放空、脱气或除去蒸汽的装置。

78. 权利要求77的设备, 其中放空或脱气装置包括至少一种以下所述装置:

(a) 线性立管;

(b) 具有与蒸汽路径同轴的液体雾沫夹带分离器的线性立管;

10 (c) 非线性立管, 配置在管式反应器垂直上方, 由三个各自与邻近部分保持流体连通的邻接部分形成, 基本上垂直的第一部分与管式反应器保持流体连通, 与第一部分耦合在一起并从平面上看相对于第一部分取向成一定角度的第二部分, 和与第二部分耦合在一起且相对于第二部分取向成补足角度的第三部分, 从而第三部分取向基本上呈水  
15 平取向, 这样的非线性导致全部或大部分蒸汽中的液滴撞击放空管道的一部分表面上; 或

(d) 选自喷射嘴, 虹吸管, 抽风机, 文丘里喷嘴, 或喷嘴的减压装置。

79. 权利要求68、69或71的设备, 其中缩聚反应器具有多个区, 段  
20 或部分, 其中区通过相对压差界定并且在之间放置与各区、段或部分保持流体连通的料封管, 以控制反应器部分之间的压力。

80. 权利要求71的设备, 其中至少一个管式反应器包括流动换向器。

81. 权利要求80的设备, 其中流动换向器紧邻堰并在堰的下游。

25 82. 权利要求66的设备, 其中管式反应器在长度方面在其进口和出口之间具有交替的线性和非线性部分。

83. 权利要求66-68任何一项的设备, 在管式反应器中具有加热反应物的装置。

84. 权利要求83的设备, 其中加热装置包括至少一种以下装置:

30 (a) 定义出环隙的围绕管式反应器外表面的夹套, 传热介质通过该夹套循环;

(b) 缠绕在管式反应器外表面周围的多个电加热部件; 或

(c) 沿着至少一部分管式反应器的换热器, 借此流过反应物以使温度在副产物蒸发时可以回升。

85. 权利要求84的设备, 其中传热介质选自油, 水, 蒸汽, 或其混合物。

5        86. 权利要求66-68中任何一项的设备, 其中管式反应器被分成多个基本上平行流动的在其进口和出口之间延伸的管道, 且其中流过管式反应器的反应物在流过反应器时通过多个流动导管中的至少一个。

10       87. 权利要求84的设备, 其中加热装置进一步包括传热介质控制系统, 所述控制系统具有传热介质第一物流经其流过的传热介质提供回路, 和传热介质第二物流经其流过的传热介质返回回路, 第一传热介质物流的温度高于第二传热介质物流的温度, 所述传热介质控制系统包括:

(a) 第一传热介质集管, 通过该集管流过第一传热介质物流;

(b) 第二传热介质集管, 通过该集管流过第二传热介质物流;

15       (c) 第一传热介质子回路, 通过该子回路可以流过传热介质, 分别从第一集管到第二集管;

(d) 与选定的集管之一以及第一子回路保持流体连通的控制阀;

20       其中第一集管内第一传热介质物流的压力大于第二集管内第二传热介质物流的压力, 控制阀用于使用第一传热介质物流的压力选择性地将至少一部分第一传热介质物流导入第一子回路内以使传热介质流通, 并且还控制流过第一子回路的传热介质物流的温度和压力。

88. 权利要求87的设备, 进一步包括:

(a) 与第一子回路独立地形成并与之保持流体连通的第二传热介质子回路; 和

25       (b) 与第二子回路保持流体连通的第二控制阀,

其中第二控制阀选择性地将至少一部分第一传热介质物流导入第二子回路, 以控制从第二子回路流过的传热介质的温度和压力。

89. 权利要求66-69、78、82、84或85的设备, 其中管式反应器是基本上空的管道。

30       90. 权利要求72的设备, 进一步包括用于控制酯化工艺和缩聚工艺之间的压力、与酯化管式反应器和缩聚管式反应器保持流体连通并放置在两者之间的料封管。

91. 权利要求90的设备, 其中包括对料封管中流体进行加热的装置。

92. 权利要求91的设备, 其中所述加热装置是放置在靠近料封管处的换热器。

5        93. 权利要求91的设备, 其中所述加热装置是放置在和料封管成一直线处的换热器。

94. 权利要求77的设备, 进一步包括从除去的蒸汽中回收反应物以形成贫反应物的塔顶产物和富反应物的塔底产物的装置。

10       95. 权利要求94的设备, 其中所述回收装置包括水塔、解吸塔或混合的二醇和单体塔中的至少一个。

96. 权利要求94的设备, 进一步包括将贫反应物的塔顶产物在氧化器中氧化的装置, 其中氧化器选自传热介质炉, 焚烧炉或热氧化炉。

97. 权利要求77的设备, 进一步包括将贫反应物的塔顶产物在氧化器中氧化的装置, 其中氧化器选自传热介质炉, 焚烧炉或热氧化炉。

15       98. 权利要求66-69、72、78、80、87、90或94的设备, 其中用所述管式反应器改造具有至少一个连续搅拌釜式反应器的传统聚酯工艺。

99. 权利要求35或权利要求49的工艺, 其中所述酯化管式反应器在活塞流流态下操作。

20       100. 权利要求49的工艺, 其中所述酯化管式反应器在层流流态下操作。

101. 权利要求48的工艺, 其中所述缩聚管式反应器在活塞流流态下操作。

## 使用管式反应器的聚酯工艺

## 发明领域

5 本发明主要涉及聚酯工艺与设备，其中酯化、缩聚、或酯化与缩聚两个过程在管式反应器中进行。

## 发明背景

因为聚酯生产的业务变得更有竞争性，因此非常希望提供替代的生产方法。已经开发出了多种工艺。早期尝试使用反应蒸馏 (US  
10 2,905,707)，用乙二醇("EG")蒸汽作为反应物 (US 2,829,153)。已经公开了多重搅拌釜来获得对反应额外的控制 (US 4,110,316与W0 98/10007)。US 3,054,776公开了在反应器间使用较低的压降，而US 3,385,881则公开了在一个反应器壳内的多个反应段。对这些设计的改善是为了解决夹带或堵塞、热整合、传热、反应时间、反应器数目等  
15 问题，如下列专利所述：US 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。不幸的是，这些反应器和装置极其复杂。例如，搅拌缩聚反应器具有复杂的设计，需要详细的计算和技艺。该反应器必须在真空下操作且，无论加热或冷却，必须保持其形状以使搅拌器不会刮壁，  
20 并且要保持紧公差以提供有效的传质。如此复杂的设计无法快速制造或安装并需要专家进行维护和操作。

传统的筒形酯化或酯交换反应器，如连续搅拌釜式反应器("CSTR")含有许多内构件，如挡板、加热盘管、大的溢流堰、塔盘、填料、搅拌器、及导管等。酯化或酯交换反应器也可以是具有相关内部塔盘、  
25 填料、溢流管、再沸器、内部换热器、回流系统、泵、等的反应蒸馏塔、汽提塔、或精馏塔。传统的缩聚反应器---通常是拟活塞流装置，试图维持具有窄时间分布的平均停留时间---通常是：(1) CSTR，其通常为涂膜或薄膜反应器类型，或(2)反应蒸馏装置。这种传统缩合反应器通常具有增加表面修复性的方式，这一般是通过制备聚合物薄膜完  
30 成的。这种传统缩聚装置包含塔盘、内加热盘管、溢流堰、挡板、涂膜、内部搅拌器、和带有密封件或磁驱动的大搅拌器等。这些反应器通常具有刮刀或其他高度复杂的用于使蒸汽管线不被封堵的装置。许

多缩聚反应器还具有非常严密的公差要求且必须在一定的温度范围内保持其形状。这些圆筒形反应器需要大量的设计、制图、和有经验的构思技艺。这种圆筒形反应器还具有特殊构造的夹套，所述夹套具有多个局部管道夹套和将管道夹套彼此以及与反应器连接起来的焊线。

- 5 这种圆筒形反应器具有额外的外部组件如齿轮箱、搅拌器、密封系统、马达等。构造这种圆筒形反应器要求的额外的复杂程度、材料、以及技术导致成本更高。

在先有技术专利中已经公开了一种整合到工艺或设备中的管道。例如，US 3,192,184公开了在反应器内的装有内部挡板的管道，US  
10 3,644,483公开了使用管道来添加糊状物。作为其他实例，专利申请WO 96/22318和US 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，US 5,786,443公开了在酯化反应器和通向分级反应器的加热器之间的管式反应器。这些反应器组中的每一种都把管式反应器引入到其他复杂的反应器和设备当中。

- 15 虽然在理论上已经推理出最佳的酯交换或酯化将发生在压力连续降低和温度连续升高的连续区中(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), 但使用现有常规设备实现这一目标的成本过高, 因为它需要大量的小反应器, 它们各自带有自己相关的用于液位、压力、和温度控制的仪表和阀以及泵。因此, 在常规的聚酯装置设计中, 减压段的数目(圆筒形反应器)要降到最少以使成本减到最低。折衷方案是如果代之以提高反应器数目, 则压降将减到最小。

在本领域中需要更简单的用于制备聚酯的设备及工艺。

## 25 发明概述

- 本发明涉及生产聚酯的设备及工艺。更具体地说, 本发明涉及同时用于新的及现有(改型)聚酯装置的管式反应器及配套设备和工艺。原料、或反应物可以是使用用于聚酯或改性剂的任何组分的液体、气体、或固体原料。本管式反应器发明较常规的聚酯工艺和设备具有许多优点。

30 本发明的管式反应器工艺允许设计者将各反应器的传热、体积(即停留时间)、搅拌、和分离功能彼此分隔。对于传热, 本发明的管式反

反应器不需要连续搅拌釜式反应器的内部加热盘管，而是代之以使用各种加热方法，如热交换器或夹套管。CSTR的众多局限中，由于需要保持对液体的搅拌，所以加热盘管的量是有限的。加热盘管太多则不允许足够的用于搅拌的盘管间距。因为管式反应器系统中传热功能和搅拌功能是分隔的，所以CSTR的这些局限性，除了别的以外，不出现在本发明的管式反应器系统中。

管式反应器不同于CSTR，在考虑动力学时不局限于容器体积；管式反应器的管道长度用于动力学，这样动力学就可以以简单的方式变化。至于传质或搅拌，管式反应器不需要CSTR的搅拌叶片或叶轮；而是可使用泵或重力流来传送流体。

至于分离，是指从液体界面中分离气体，CSTR工艺通过反应器体积控制液体/气体界面。通过控制反应体积控制界面对于控制流体的速度是很困难的。如果将CSTR制造得高且瘦，液面控制将变得很难，搅拌轴偏斜和密封问题会增加，蒸汽速率增加导致夹带增多，且反应器成本随表面积的增加而增加。另一方面，如果将CSTR制造得短而粗，则不能将足够的加热盘管引入反应器中，搅拌会由于直径较大而更加困难，对于大规模的装置，容器的运输成为一个问题。因此，CSTR的长度、宽度和高度有最佳尺寸，因此对CSTR进行改进以控制流体的速度是很困难的。因而，在CSTR的操作中，需要更多的蒸汽分离操作以控制蒸汽速度。但是，额外的蒸汽脱除操作会导致夹带液被蒸汽除去及产量下降问题。相反，在此处本发明的管式反应器系统中，为控制液体/气体界面，可以增加并联的支管(管式反应器)以控制总流体速度和离开表面的气体流速。因此，对于本发明的管式反应器系统来说，分离功能较常规的CSTR系统更简单且更易于控制。与本发明管式反应器设计的上述优点相比，本领域其他常规的制备聚酯的反应器系统，如反应蒸馏、汽提塔、或精馏塔、或带有内部构件的罐、螺杆、或捏合机反应器中也可以发现类似的缺点。

令人惊讶的是，本发明的管式反应器可以用于通常具有长停留时间的聚酯工艺。通常，管式反应器用于仅仅具有非常短停留时间的工艺。但是，在此已经发现，本发明的管式反应器可以用于较长停留时间的聚酯生产工艺中。

因此，在一个实施方案中，本发明涉及由多种反应物制备聚酯聚

合物的方法，其包括：

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道；

5 b. 将至少一种反应物在接近进口处加入到管式反应器中，从而该反应物流过管式反应器并在管式反应器之内彼此反应以形成聚酯单体，且聚酯单体从其出口流出，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；

10 c. 提供独立地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保持流体连通，所述缩聚管式反应器具有第一末端、第二末端、和内表面，所述缩聚管式反应器包括基本上空的管道；和

15 d. 将聚酯单体流体导入缩聚管式反应器的第一末端，从而使单体流过缩聚反应器，在缩聚管式反应器之内，所述单体反应形成低聚物，然后低聚物反应形成聚合物，聚合物从反应器第二末端流出，其中流过该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，本发明涉及由多种反应物制备聚酯聚合物的方法，其包括：

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接近进口处加入到管式反应器中，从而该反应物流过管式反应器并在管式反应器之内彼此反应以形成聚酯单体，且聚酯单体从其出口流出，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；

25 c. 提供独立地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保持流体连通，所述缩聚管式反应器具有第一末端、第二末端、和内表面；和

30 d. 将聚酯单体流体导入缩聚管式反应器的第一末端，从而使单体流过缩聚反应器，在缩聚管式反应器之内，单体反应形成低聚物，然后低聚物反应形成聚合物，聚合物从反应器第二末端流出，其中流过该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，本发明涉及由多种反应物制备聚酯聚合物的方法，其包括：

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接近进口处加入到管式反应器中，从而该反应物流过管式反应器并在管式反应器之内彼此反应以形成聚酯单体，且聚酯单体从其出口流出，其中流过酯化管式反应器的反应物和  
5 聚酯单体各自是酯化流体；

c. 提供独立地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保持流体连通，所述缩聚管式反应器具有第一末端、第二末端、和内表面；和

d. 将聚酯单体流体导入缩聚管式反应器的第一末端，从而使单体  
10 流过缩聚反应器，在缩聚管式反应器之内，单体反应形成低聚物，然后低聚物反应形成聚合物，聚合物从反应器第二末端流出，其中流过该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，本发明涉及由多种反应物制备聚酯聚合物的方法，其包括：

15 a. 提供具有进口、出口、和内表面的酯化及预聚物缩聚的结合管式反应器；

b. 将至少一种反应物在接近进口处加入到管式反应器中，从而该反应物流过管式反应器并在管式反应器之内彼此反应以形成聚酯低聚物，且聚酯低聚物从其出口流出，其中流过酯化管式反应器的反应物  
20 和聚酯低聚物各自是酯化流体；

c. 提供独立地由结合酯化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/预聚物管式反应器保持流体连通，所述缩聚管式反应器具有第一末端、第二末端、和内表面；和

d. 将聚酯低聚物流体导入缩聚管式反应器的第一末端，从而使低  
25 聚物流过缩聚反应器，低聚物在缩聚管式反应器之内反应形成聚合物，聚合物从反应器第二末端流出，其中流过该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，本发明涉及由多种反应物制备聚酯聚合物的方法，其包括：

30 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接近进口处加入管式反应器中，从而该反应物流过管式反应器并在管式反应器之内彼此反应以形成聚酯单体，

且聚酯单体从其出口流出，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结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保持流体连通，所述缩聚管式反应器具有第一末端、第二末端、和内表面；和

d. 将聚酯单体流体导入缩聚管式反应器的第一末端，从而使单体流过缩聚反应器，在缩聚管式反应器之内，单体反应形成低聚物，然后低聚物反应形成聚合物，聚合物从反应器第二末端流出，其中流过该缩聚管式反应器的单体、低聚物、和聚合物各自是缩聚流体。

- 10 在另一个实施方案中，本发明涉及由多种反应物制备聚酯低聚物的方法，其包括：

a. 提供具有进口、出口、和内表面的酯化管式反应器；

- 15 b. 将至少一种反应物在接近进口处加入管式反应器中，从而该反应物流过管式反应器并在管式反应器之内彼此反应以形成聚酯单体，且聚酯单体从其出口流出，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. 提供独立地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保持流体连通，所述缩聚管式反应器具有第一末端、第二末端、和内表面；和

- 20 d. 将聚酯单体流体导入缩聚管式反应器的第一末端，从而使单体流过缩聚反应器，单体在缩聚管式反应器之内反应形成低聚物，低聚物从反应器第二末端流出，其中流过该缩聚管式反应器的单体和低聚物各自是缩聚流体。

- 25 在另一个实施方案中，本发明涉及由多种反应物制备聚酯低聚物的方法，其包括：

a. 提供具有进口、出口、和内表面的酯化管式反应器；

- 30 b. 将至少一种反应物在接近进口处加入管式反应器中，从而该反应物流过管式反应器并在管式反应器之内彼此反应以形成聚酯单体，且聚酯单体从其出口流出，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结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保持流体连通，所述缩聚管式反应

器具有第一末端、第二末端、和内表面；和

d. 将聚酯单体流体导入缩聚管式反应器的第一末端，从而使单体流过缩聚反应器，单体在缩聚管式反应器之内反应形成低聚物，低聚物从反应器第二末端流出，其中流过该缩聚管式反应器的单体和低聚物各自是缩聚流体。

在另一个实施方案中，本发明涉及由多种反应物制备聚酯单体的方法，其包括：

a. 提供具有进口、出口、内表面，和至少一个连接到其内表面的溢流堰的酯化管式反应器；

10 b. 将至少一种反应物在接近进口处加入到管式反应器中，从而该反应物流过管式反应器并在管式反应器之内彼此反应以形成聚酯单体，且聚酯单体从其出口流出，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，且其中酯化流体流过溢流堰。

15 在另一个实施方案中，本发明涉及由多种反应物制备聚酯单体的方法，其包括：

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接近进口处加入到管式反应器中，从而该反应物流过管式反应器，反应物在管式反应器之内彼此反应以形成聚酯单体，且聚酯单体从其出口流出，其中流过酯化管式反应器的反应物

20 物和聚酯单体各自是酯化流体；和

c. 将工艺流体的一部分再循环并将再循环排出物导回贴近酯化反应器进口处或酯化反应器进口和出口之间，并通过酯化反应器。

在另一个实施方案中，本发明涉及由多种反应物制备聚酯单体的方法，其包括：

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接近进口处加入到管式反应器中，从而该反应物流过管式反应器，反应物在管式反应器之内彼此反应以形成聚酯单体，且聚酯单体从其出口流出，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

30 c. 从管式反应器进口及其出口中间和/或贴近其出口处通过空的排气管排除蒸汽。

在另一个实施方案中，本发明涉及由多种反应物制备聚酯单体的

方法，其包括：

a. 提供具有进口、出口、和内表面的酯化管式反应器，进口位置至少在出口垂直下方的20英尺处；

- 5 b. 将至少一种反应物在接近进口处加入到管式反应器中，从而该反应物流过管式反应器，反应物在管式反应器之内彼此反应以形成聚酯单体，且聚酯单体从其出口流出，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，本发明涉及由多种反应物制备聚酯单体的方法，其包括：

- 10 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接近进口处加入到管式反应器中，从而该反应物流过管式反应器并在管式反应器之内彼此反应以形成聚酯单体，且聚酯单体从其出口流出，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，且其中流体以气泡或泡沫状流流态存在于管式反应器中。

在另一个实施方案中，本发明涉及由多种反应物制备聚酯单体的方法，其包括：

a. 提供具有进口、出口、和内表面的酯化管式反应器，其中管式反应器在进口和出口间沿其纵向延伸具有交替的线性和非线性段；

- 20 b. 将至少一种反应物在接近进口处加入到管式反应器中，从而该反应物流过管式反应器，反应物在管式反应器之内彼此反应以形成聚酯单体，且聚酯单体从其出口流出，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。

- 25 在另一个实施方案中，本发明涉及由多种反应物制备聚酯单体的方法，其包括：

a. 提供具有进口、出口、和内表面的酯化管式反应器；和

- 30 b. 将至少一种反应物在接近进口处添加入到管式反应器中，从而该反应物流过管式反应器，反应物在管式反应器之内彼此反应以形成聚酯单体，且聚酯单体从其出口流出，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，本发明涉及聚酯聚合物的制备方法，其包括：

a. 提供具有第一末端、第二末端、和内表面的缩聚管式反应器，第一末垂直地位于第二末端的上方，该缩聚管式反应器在其第一末端和其第二末端之间具有沿纵向延伸的线性和非线性的段；和

- 5 b. 将聚酯单体流体导入缩聚管式反应器的第一末端，从而使单体流过缩聚反应器，在缩聚管式反应器之内，单体反应形成低聚物，然后低聚物反应形成聚合物，聚合物从反应器的第二末端流出，其中流过该缩聚管式反应器的单体、低聚物、以及聚合物各自是缩聚流体。

在另一个实施方案中，本发明涉及聚酯聚合物的制备方法，其包括：

- 10 提供具有第一末端、第二末端、内表面和至少一个连接到其内表面的溢流堰的缩聚管式反应器，其中管式反应器由基本上空的管道组成；和

- 15 b. 将聚酯单体流体导入缩聚管式反应器的第一末端，从而使单体流过缩聚反应器，在缩聚管式反应器之内，单体反应形成低聚物，然后低聚物反应形成聚合物，聚合物从反应器第二末端流出，其中流过该缩聚管式反应器的单体、低聚物、以及聚合物各自是缩聚流体，且其中至少一种缩聚流体流过溢流堰。

在另一个实施方案中，本发明涉及聚酯聚合物的制备方法，其包括：

- 20 a. 提供具有第一末端、第二末端、和内表面的缩聚管式反应器；和

- 25 b. 将聚酯单体流体导入缩聚管式反应器的第一末端，从而使单体流过缩聚反应器，在缩聚管式反应器之内，单体反应形成低聚物，然后低聚物反应形成聚合物，聚合物从反应器第二末端流出，其中流过该缩聚管式反应器的单体、低聚物、以及聚合物各自是缩聚流体；和

c. 从管式反应器进口及其出口中间或紧邻其进口或出口处通过包括基本上空的管道的排气管排除蒸汽。

在另一个实施方案中，本发明涉及聚酯聚合物的制备方法，其包括：

- 30 a. 提供具有第一末端、第二末端、和内表面的缩聚管式反应器；和

- b. 将聚酯单体流体导入缩聚管式反应器的第一末端，从而使单体

流过缩聚反应器，在缩聚管式反应器之内，单体反应形成低聚物，然后低聚物反应形成聚合物，聚合物从反应器第二末端流出，其中流过该缩聚管式反应器的单体、低聚物、以及聚合物各自是缩聚流体，且其中存在于管式反应器中的流体处于层状流流态。

5 在另一个实施方案中，本发明涉及聚酯聚合物的制备工艺，其包括：

a. 提供具有第一末端、第二末端、和内表面的缩聚管式反应器；

和

10 b. 将聚酯单体流体导入缩聚管式反应器的第一末端，从而使单体流过缩聚反应器，在缩聚管式反应器之内，单体反应形成低聚物，然后低聚物反应形成聚合物，聚合物从反应器第二末端流出，其中流过该缩聚管式反应器的单体、低聚物、以及聚合物各自是缩聚流体。

在另一个实施方案中，本发明涉及聚酯聚合物的制备方法，其包括：

15 a. 提供具有第一末端、第二末端、和内表面的缩聚管式反应器；

和

b. 将聚酯低聚物流体导入缩聚管式反应器的第一末端，从而低聚物流过缩聚管式反应器，低聚物在缩聚管式反应器之内反应形成聚酯聚合物且聚酯聚合物从其第二末端流出。

20 在另一个实施方案中，本发明涉及用于制备聚酯聚合物的设备，其包括：

a. 具有进口、出口、和内表面的酯化流体反应物从中流过的酯化管式反应器；和

25 b. 独立地由酯化反应器形成并与之保持流体连通的缩聚管式反应器，其中缩聚反应器具有进口、出口、和内表面，至少一种缩聚流体反应物流过该缩聚反应器，

其中酯化与缩聚反应器包括基本上空的管道。

在另一个实施方案中，本发明涉及制备聚酯聚合物的设备，其包括：

30 a. 具有进口、出口、以及内表面的酯化管式反应器，酯化流体反应物流过该反应器；和

b. 独立地由酯化反应器形成并与之保持流体连通的缩聚管式反应

器，其中缩聚反应器具有进口、出口、和内表面，至少一种缩聚流体反应物流过该缩聚反应器。

在另一个实施方案中，本发明涉及制备聚酯单体的酯化管式反应器设备，其包括：

- 5       a. 具有进口、出口，和内表面的酯化管式反应器；和  
      b. 具有流入液和排出液的再循环回路，所述排出液与酯化管式反应器保持流体连通。

在另一个实施方案中，本发明涉及用于制备聚酯单体、低聚物、或聚合物的设备，其包括：

- 10       a. 具有进口、出口、以及内表面的管式反应器，流体反应物流过该反应器；和  
      b. 连接到该管式反应器内表面部分并与其出口相邻的溢流堰，其中反应器包括基本上空的管道。

15       在另一个实施方案中，本发明涉及制备聚酯单体、低聚物、或聚合物的设备，其包括：

- a. 具有进口、出口、以及内表面的管式反应器，流体反应物流过该反应器；和  
      b. 与反应器保持流体连通的排空管，该排空管进一步包括与排空管耦合在一起的直立的脱气竖管，该脱气立管有与排空管保持流体连通的接收端和配置在接收端垂直上方的相对的排空端，其中脱气竖管在其长度方向上非线性地伸到接收端与排空端之间，且其中脱气竖管由三个邻近的互相保持流体连通的段形成，第一段临近接收端并基本上从排空管垂直地延伸，第二段与第一段耦合在一起，其取向从平面上看相对于第一段成一定角度，而第三段与第二段耦合在一起，其取向从平面上看相对于第二段成补角，这样的话，第三段的取向基本上是水平的。
- 20  
25

在另一个实施方案中，本发明涉及用于制备聚酯单体、低聚物、或聚合物的设备，其包括：

- 30       a. 具有进口、出口、以及内表面的管式反应器，流体反应物流过该反应器。

在另一个实施方案中，本发明涉及用于排出工艺气体或蒸汽，同时有效地使液体从气体或蒸汽，液体、气体及流态蒸汽中脱离出来，

从气体或蒸汽中分离出液体，并将液体返回工艺中的设备，其包括：

a. 含有 (i) 液体和 (ii) 气体或蒸汽的容器或工艺管道；和

5 b. 与容器或工艺管道保持流体连通的排空管，该排空管进一步包括与排空管耦合在一起的直立的脱气立管，所述脱气立管具有与排空管保持流体连通的接收端和配置在接收端垂直上方的相对的排空端，其中脱气竖管在其接收端与排空端之间的长度方向上非线性延伸，其中脱气竖管由三个邻近的互相保持流体连通的段形成，第一段临近接收端并从排空管基本上垂直地延伸，第二段与第一段耦合在一起，其取向从平面上看相对于第一段成一定角度，而第三段与第二段耦合在  
10 一起，其取向从平面上看相对于第二段成一定角度，从而第三段的取向基本上是水平的。

在另一个实施方案中，本发明涉及适合于将流体混合、储存、并分配至分离的装置工艺分配系统中的流体混合和分配系统，其包括：

a. 第一细长且垂直配置的流体贮存容器；

15 b. 与第一容器和第二容器保持流体连通的循环泵，该循环泵的构造和安装将使流体流过系统并将流体从第一容器循环进入第二容器以及从第一容器循环到第一容器；

c. 与第一容器和第二容器保持流体连通的第二流体贮存和分配容器，配置在垂直高度较第一容器更高的位置；和

20 d. 分别与循环泵、第一容器以及第二容器保持流体连通的控制阀，该控制阀的构造和安装将选择性地将流体从第一容器导入第二容器并从第一容器导入第一容器，

其中第二容器与装置工艺分配系统保持流体连通，其中第二容器内的流体形成的静压头用于使流体从第二容器流入装置工艺分配系  
25 统。

在另一个实施方案中，本发明涉及一个适合于将流体混合、储存、并分配至分离的装置工艺分配系统的流体混合和分配系统，其包括：

a. 第一流体贮存容器；

b. 第二流体混合和储存容器；

30 c. 与第一容器和第二容器保持流体连通的循环泵，该循环泵的构造和安装将使流体流过系统并从第一容器循环进入第二容器；

d. 配置在垂直高度较第一容器和装置工艺分配系统都高的位置上

的第二容器；和

e. 分别与循环泵、第一容器和第二容器保持流体连通的控制阀，该控制阀的构造和安装选择性地将流体从第一容器导回第一容器并从第一容器进入第二容器；

- 5 f. 与装置工艺分配系统保持流体连通的第二容器，其中第二容器内的流体形成的静压头用于使流体从第二容器流入装置工艺分配系统。

在另一个实施方案中，本发明涉及在适合于将流体混合、储存、并分配到独立的装置工艺分配系统中的流体混合和分配系统内，将流  
10 体混合和分配的方法，其包括：

a. 将至少一种流体置于第一细长且垂直配置的流体贮存容器中；

- b. 用与第一容器和第二容器保持流体连通的循环泵，使该流体从第一容器流入第二细长且垂直配置的流体混合和储存容器中，第二流体容器配置在垂直高度较第一容器和装置工艺分配系统都更高的位置  
15 上，循环泵被构造和安装使流体流过该系统；

c. 使用与循环泵、第一容器和第二容器保持流体连通的控制阀，选择性地将流体从第一容器导入第一容器或第二容器；和

d. 选择性地使流体从第二容器流入装置工艺分配系统，第二容器中产生的静压头用于使贮存其中的流体流入装置工艺分配系统。

- 20 在另一个实施方案中，本发明涉及与管式反应器系统一起使用的传热介质控制系统，该管式反应器系统具有经其流过第一传热介质物流的传热介质进料回路，和经其流过第二传热介质物流的传热介质返回回路，第一传热介质物流的温度高于第二传热介质物流的温度，所述传热介质控制系统包括：

- 25 a. 经其流过第一传热介质物流的第一传热介质集管；

b. 经其流过第二传热介质物流的第二传热介质集管；

c. 第一传热介质子回路，传热介质可以通过该子回路分别从第一到第二集管；

d. 与选定的集管之一和第一子回路保持流体连通的控制阀；

- 30 e. 在第一集管内的第一传热介质物流的压力高于第二集管内的第二传热介质物流的压力；

f. 其中控制阀选择性地将至少一部分第一传热介质物流导入第一

子回路, 利用第一传热介质物流的压力使传热介质通过, 并且还控制通过第一子回路的传热介质物流的温度与压力。

在另一个实施方案中, 本发明涉及与管式反应器系统一起使用的传热介质控制系统, 该管式反应器系统具有经其流过第一传热介质物流的传热介质进料回路, 和经其流过第二传热介质物流的传热介质返回回路, 第一传热介质物流的温度高于第二传热介质物流的温度, 所述传热介质控制系统包括:

a. 经其流过第一传热介质物流的第一传热介质集管;

b. 经其流过第二传热介质物流的第二传热介质集管;

c. 第一传热介质子回路, 传热介质可以通过该子回路从第一流到第二集管;

d. 与第一集管和第一子回路保持流体连通的第一控制阀;

e. 与第一子回路和第二集管保持流体连通的第二控制阀;

f. 在第一集管内的第一传热介质物流的压力高于第二集管内的第二传热介质物流的压力;

g. 其中使用一个或同时使用两个控制阀以选择性地将至少一部分第一传热介质物流导入第一子回路, 使用第一传热介质物流的压力使传热介质流过第一子回路, 并且还控制通过第一子回路的传热介质物流的温度与压力。

在另一个实施方案中, 本发明涉及将传热介质流过与管式反应器系统一起使用的传热介质系统的方法, 该管式反应器系统具有经其流过第一传热介质物流的传热介质进料回路, 和经其流过第二传热介质物流的传热介质返回回路, 第一传热介质物流的温度和压力高于第二传热介质物流的温度和压力, 所述传热介质控制系统包括:

a. 通过第一传热介质集管流通第一传热介质物流;

b. 通过第二传热介质集管流通第二传热介质物流;

c. 在不存在传热介质循环泵的情况下, 使传热介质从第一集管通过第一传热介质子回路, 使用与第一集管和第一子回路保持流体连通的第一控制阀; 和

d. 在不存在传热介质循环泵的情况下, 使传热介质从第一子回路流入第二集管, 使用与第一子回路和第二集管保持流体连通的第二控制阀。

在另一个实施方案中，本发明涉及用于向流体工艺装置提供工艺工质流体的流体输送系统，该工艺装置具有用于运输、分布、和加工流体的管路系统，所述系统包括：

- a. 至少一个放置在泵站的输送容器；和
- 5      b. 至少一个与所述至少一个输送容器保持流体连通的泵；
- c. 所述至少一个输送容器与阀组保持流体连通，该阀组与工艺装置管路系统保持流体连通；

其中流体从所述至少一个输送容器通过阀组直接选择性地泵送入工艺装置管路系统中，此时不存在否则将用于从所述至少一个输送容器中接收和储存流体的流体输送进料和储存罐。

在另一个实施方案中，本发明涉及用于向流体工艺装置提供工艺工质流体的流体输送系统，该工艺装置具有用于运输、分布、和加工流体的管路系统，所述系统包括：

- a. 放置在泵站的第二输送容器；
- 15      b. 与第二输送容器保持流体连通的第二泵；
- c. 放置在泵站的第二输送容器；和
- d. 与第二输送容器保持流体连通的第二泵；
- e. 各输送容器和泵分别与一个阀组保持流体连通，所述阀组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保持流体连
- 20      通；

其中在不存在流体输送和储存罐的情况下，流体被选择性地直接分别从第一和第二输送容器泵送通过所述阀组并进入工艺装置管路系统中。

在另一个实施方案中，本发明涉及用于向流体工艺装置提供工艺工质流体的流体输送方法，该工艺装置具有用于运输、分布、和加工流体的管路系统，所述系统包括：

- a. 在泵站放置第二输送容器，所述第二输送容器与第二泵保持流体连通；
- b. 在泵站放置第二输送容器，所述第二输送容器与第二泵保持流
- 25      体连通；
- c. 选择性地分别从各输送容器直接将流体泵入阀组中，所述阀组由多个可选择性操作的、与工艺装置管路系统保持流体连通的
- 30      控制阀

组成，并且流体通过该阀组进入工艺装置管路系统中，这一过程是没有否则将用于接收并贮藏来自于至少一个输送容器的流体的流体输送进料与贮存罐的情况下进行的。

在另一个实施方案中，本发明涉及集成装置配水系统，该配水系统被独立地从用于工艺装置内的供水源提供清洁的淡水，所述系统包括：

- a. 一个与水源保持流体连通并从水源补给水的安全喷淋贮水罐；
- b. 一个与安全喷淋贮水罐保持流体连通并由其提供水的第一配水回路；
- 10 c. 与第一配水回路保持流体连通的第二配水回路；和
- d. 选择性地从第一配水回路汲水以向第二配水回路补给水的装置。

在另一个实施方案中，本发明涉及通过通过集成装置配水系统分配水的方法，该配水系统被独立地从用于工艺装置内的供水源提供清洁的淡水，所述方法包括：

- a. 向安全喷淋贮水罐供应水；
- b. 将水从安全喷淋贮水罐送入与蓄水池保持流体连通的第一配水回路；
- c. 选择性地将水从第一配水回路送至与第一水回路保持流体连通的
- 20 的第二配水回路。

在另一个实施方案中，本发明涉及与最终的分别具有独立的高压、中压、和低压压缩聚真空区的缩聚反应釜一起使用的集成真空系统，所述系统包括：

- a. 喷雾冷凝器，所述喷雾冷凝器分别与缩聚反应器的各介质和低压真空区保持流体连通；
- 25 b. 与喷雾冷凝器保持流体连通的级间冷凝器；和
- c. 与级间冷凝器保持流体连通的真空泵。

在另一个实施方案中，本发明涉及与最终的具有至少一个中压缩聚真空区、和独立的低压压缩聚真空区的缩聚反应釜一起使用的集成真空系统，所述系统包括：

- 30 a. 喷雾冷凝器，所述喷雾冷凝器分别与缩聚反应器的各介质和低压真空区保持流体连通；

- b. 与喷雾冷凝器保持流体连通的第一EG喷嘴;
- c. 与第一EG喷嘴保持流体连通的级间冷凝器; 和
- d. 与级间冷凝器保持流体连通的真空泵; 以及
- e. 分别与低压真空区和喷雾冷凝器保持流体连通的第二EG喷嘴。

5       在另一个实施方案中, 本发明涉及从具有高压真空区、中压真空区、以及低压缩聚真空区的最终缩聚反应釜中收集流体的方法, 该方法包括:

10       a. 流体至少从反应器的中压缩聚真空区和低压缩聚真空区流过, 进入分别与各中及低压真空区保持密封的流体连通的单个喷雾冷凝器; 和

b. 通过与喷雾冷凝器保持流体连通的级间冷凝器, 用与该级间冷凝器保持流体连通的真空泵吸取该流体。

在另一个实施方案中, 本发明涉及聚酯单体的制备方法, 其包括:

15       a. 提供具有进口、出口、和内表面的管式反应器, 所述进口配置在出口的垂直下方; 和

b. 从接近进口处向管式反应器中添加至少一种反应物以使反应物流过管式反应器, 其中反应物在管式反应器内彼此反应形成聚酯单体, 且聚酯单体从其出口流出。

20       在另一个实施方案中, 本发明涉及聚酯聚合物的制备方法, 其包括:

a. 提供具有第一末端、第二末端、和内表面的缩聚反应器, 第一末端配置在第二端的垂直上方, 该缩聚反应器在第一末端和第二末端之间是非线性的; 和

25       b. 将聚酯单体流体导入缩聚反应器的第一末端, 从而使单体流过缩聚反应器, 其中所述单体在缩聚反应器内反应形成聚合物且聚合物从其第二末端流出。

在另一个实施方案中, 本发明涉及聚酯聚合物的制备方法, 其包括:

30       a. 提供具有第一末端、第二末端、及内表面的缩聚反应器, 第一末端配置在第二末端的垂直上方, 其中该缩聚反应器与垂直取向的平面形成一个角度, 该角度大于零度; 和

b. 将单体流体导入缩聚反应器的第一末端, 从而使单体流过缩聚

反应器，其中单体在缩聚反应器内反应形成聚酯聚合物且聚酯聚合物从其第二末端流出。

在另一个实施方案中，本发明涉及聚酯的制备方法，其包括：

5 a. 提供具有进口、出口、及内表面的管式反应器，所述进口配置在出口的垂直下方；和

b. 从接近进口处向管式反应器中加入至少一种反应物以使反应物流过管式反应器，其中反应物在管式反应器内彼此反应形成聚酯，且聚酯从其出口流出。

10 在另一个实施方案中，本发明涉及将反应物反应为聚酯单体的设备，其包括：

a. 具有进口、出口、及内表面的管式反应器，所述进口配置在出口的垂直下方；和

b. 在临近管式反应器出口处与管式反应器的一部分内表面相连的溢流堰。

15 在另一个实施方案中，本发明涉及将反应物反应为聚酯单体的设备，其包括：

a. 具有进口、出口、及内表面的管式反应器，所述进口配置在出口的垂直下方；和

20 b. 引入到管式反应器中以使流体在其内表面内横穿的排空装置，并且流体在从管式反应器的进口流到出口的时候，还流过该排空装置，该排空装置包括偏心的平底渐缩管。

在另一个实施方案中，本发明涉及将反应物反应为聚酯单体的设备，其包括：

25 a. 具有进口、出口、及内表面的管式反应器，所述进口配置在出口的垂直下方；和

b. 具有注入口和排出口的再循环回路，所述注入口与管式反应器在接近出口处保持流体连通，而排出口与管式反应器在临近进口处保持流体连通。

30 在另一个实施方案中，本发明涉及将单体反应为聚酯聚合物的设备，其包括：

a. 具有第一末端、第二末端、和内表面的缩聚反应器，第一末端配置在第二末端的垂直上方，缩聚反应器由多个邻近、互连的段形成，

单体在其中沿着各段的内表面流动，从缩聚反应器的第一末端横穿到第二末端，其中临近的段彼此形成非直线角度；和

b. 至少一个连接到该缩聚反应器内表面的溢流堰，其中一个溢流堰位于临近各互连段的节点处。

5 在另一个实施方案中，本发明涉及由多种反应物制备酯的方法，其包括：

a. 提供具有第一进口和第一出口的酯化管式反应器；

b. 在酯化反应条件下在紧邻酯化管式反应器的第一进口处加入反应物并形成两相流，由此使反应物通过酯化管式反应器形成液相和汽相，且其中至少一部分反应物形成酯单体。

10 在另一个实施方案中，本发明涉及由多种反应物制备聚酯的方法，其包括：

a. 提供具有第一进口和第一出口的酯化管式反应器；

b. 在酯化反应条件下在紧邻酯化管式反应器的第一进口处加入反应物并形成两相流，因此使反应物通过酯化管式反应器形成液相和汽相，且其中至少一部分反应物形成酯单体；

15 c. 使单体在缩聚管式反应器中、在缩聚反应条件下反应，其中至少一部分酯单体形成低聚物；和

d. 使低聚物在缩聚管式反应器中、在缩聚反应条件下反应，其中至少一部分低聚物形成聚酯。

20 在另一个实施方案中，本发明涉及用于制备酯单体、酯低聚物或聚酯中的至少一种的设备，其包括具有进口、出口及内部的管式反应器，酯单体、酯低聚物或聚酯中的至少一种流经该管式反应器。

25 本发明提供用于各工艺实施方案的设备，以及附随与本发明各设备有关的工艺。

30 本发明另外的优点一部分将在随后的说明书中列出，一部分将因说明书而显而易见，或者可以很容易地通过实施本发明而知晓。本发明的优点将通过后面权利要求中具体指出的元素和其组合实现或达到。应当理解，上述一般性描述及其后的详细说明都仅仅是示例性的和解释性的，它们不对本发明，如权利要求构成限制。

附图简述

引入并构成说明书一部分的附图，与说明书一起示例性地说明本

发明的若干实施方案，用来解释本发明的原理。

图1示出典型的聚酯反应温度和压力分布图。

图2示出酯化或缩聚管式反应器的一个实施方案。在缩聚管式反应器模式中，流入口和排出口是相反的(在11流入并在12流出)。

5 图3示出对于本发明典型的管式反应器安装费用中的安装费用对公称管径(英寸)。

图4示出本发明一个实施方案，其中在酯交换或酯化反应器的顶部，通过缩聚反应器内的溢流堰进行液面控制。

10 图5示出本发明的一个实施方案，其中用一个或多个管式反应器改进现有聚酯生产设备。

图6示出本发明一个实施方案，其中有使用了多个平行酯化与缩聚管式反应器的更大装置，以及在一个系统内可生产多种产品。

图7a-g示出同时用于酯化与缩聚工艺的蒸汽分离的各种实施方案。

15 图8示出缩聚蒸汽分离的实施方案。

图9示出在缩聚区中使用溢流堰和处于溢流堰下游的缩径管流量换流器系统进行层流混合的实施方案。

20 图10示出利用不同的非线性构型改变酯化或酯交换反应器压力分布图的各种实施方案。本图为侧视图，示出酯化或酯交换反应器管线各转弯之间的垂直位移。

图11是对应于图10那些构型的压力分布图。

图12a和12b示出在本工艺中添加剂位置的不同方面。

图13a和13b示出两个不同的实施方案，其中通过使用循环回路而省去浆料罐。

25 图14示出一个实施方案，其中取消了传热介质子回路泵。

图15a示出先有技术典型的搅拌和供料系统。

图15b示出本发明用于搅拌和供料的系统的实施方案，其消除了各种罐及其他控制设备以及单元操作。

30 图16示出本发明一个实施方案，其中将交替的低和高压构型用于酯交换或缩聚管式反应器。

图17a和b示出本发明两个用于聚酯装置设计的实施方案，其中将管式反应器集成入酯化和将管式反应器集成入缩聚系统。

图18示出一个用于缩聚管式反应器工艺的实施方案。图8是单元133的分解图而图9是单元142的分解图。

图19是其中以吸附代替蒸馏的实施方案。

图20a示出水平管中两相流不同的流动体系。

5图20b示出蒸汽质量流量对液体与蒸汽质量流量比值的关系，以及图20a中水平管中两相流各流动体系的关系。图20b还确定了用于本发明酯化和缩聚工艺的优选的流动体系。

图21示出本发明的一个实施方案，用于不使用罐来卸载卡车以将投资费用和单元操作减到最少，同时取消用于废水处理的水。

10图22示出本发明的一个实施方案，用于将安全淋浴、冷却塔、分馏器用水以及HTM泵冷却器结合在一起，以将设备中的水系统减到最少。

图23示出集成真空系统，用于减少EG射流和消除冷水系统，作为本发明的一个实施方案。

15图24示出本发明工艺实施方案之一的酯化与缩聚的两相流态，其中使用管式反应器来制备PET均聚物。

附图标记索引

|    | 标记                 | 意义       |
|----|--------------------|----------|
| 20 | 10                 | 管式反应器    |
|    | 11                 | 出口       |
|    | 12                 | 进口       |
|    | 21, 22, 23, 24, 25 | 图示       |
|    | 31                 | 进口       |
| 25 | 32                 | 流体出口     |
|    | 33                 | 气体/蒸汽出口  |
|    | 34                 | 进口       |
|    | 35                 | 出口       |
|    | 36                 | 三通       |
| 30 | 37                 | 偏心的平底渐缩管 |
|    | 38                 | 溢流堰      |
|    | 41                 | 搅拌槽      |

|    |        |         |
|----|--------|---------|
|    | 42     | 进料槽液位   |
|    | 43     | 泵       |
|    | 44     | 搅拌器     |
|    | 45     | 温度控制器   |
| 5  | 46     | 热交换器    |
|    | 47     | 水蒸汽     |
|    | 48     | 水       |
|    | 49     | 进料槽51液面 |
|    | 50     | 搅拌器     |
| 10 | 51     | 进料槽     |
|    | 52, 53 | 泵       |
|    | 54     | 温度控制器   |
|    | 55     | 水蒸汽     |
|    | 56     | 水       |
| 15 | 57, 58 | 供料系统    |
|    | 59     | 进料集管    |
|    | 60     | 三向阀     |
|    | 71     | 溢流管线    |
|    | 72     | 无夹套管线   |
| 20 | 73     | 套管      |
|    | 74     | 循环泵     |
|    | 75     | 液位      |
|    | 76     | 水       |
|    | 77     | 温度控制器   |
| 25 | 78     | 水蒸汽     |
|    | 82     | 进料槽     |
|    | 91     | 再循环回路   |
|    | 92     | 循环泵     |
|    | 93     | 流入口     |
| 30 | 94     | 泵出口     |
|    | 95     | 喷射嘴     |
|    | 96     | 进料导管    |

|    |          |           |
|----|----------|-----------|
|    | 97       | 固体反应物储存设备 |
|    | 98       | 固体计量装置    |
|    | 99       | 送料器       |
|    | 100      | 进口        |
| 5  | 101, 102 | 管式反应器     |
|    | 103      | 产品出口      |
|    | 104      | 蒸汽出口      |
|    | 106      | 三通        |
|    | 110      | 溢流堰       |
| 10 | 111      | 进口        |
|    | 112      | 后溢流堰      |
|    | 113      | 出口        |
|    | 120      | 进口        |
|    | 121      | 蒸汽出口      |
| 15 | 122      | 产品出口      |
|    | 123      | 渐缩管       |
|    | 124      | 溢流堰       |
|    | 125      | 次弯管       |
|    | 126      | 管帽        |
| 20 | 127      | 变径管下端     |
|    | 128      | 三通        |
|    | 133      | 分离系统      |
|    | 134      | 90度弯管     |
|    | 135      | 小于90度的弯管  |
| 25 | 136      | 直管        |
|    | 137      | 小于90度的弯管  |
|    | 138      | 第二支承管直管   |
|    | 139      | 三通        |
|    | 140      | 弯管        |
| 30 | 141      | 直管        |
|    | 142      | 流量换流器系统   |
|    | 143      | 支承管       |

|    |               |                 |
|----|---------------|-----------------|
|    | 144           | 第三支承管           |
|    | 145, 146      | 小于90度的弯管        |
|    | 147           | 蒸汽出口            |
|    | 148           | 产品出口            |
| 5  | 160, 161, 162 | 流动管路            |
|    | 163           | 注入管线            |
|    | 164           | 单一酯化部分进口        |
|    | 165, 166      | 平行管反应器流动管路      |
|    | 171, 172      | 区域              |
| 10 | 173           | 返回集管            |
|    | 174           | 供料集管            |
|    | 181           | 吸附剂床            |
|    | 182           | 吸附剂床            |
|    | 183           | 吸附剂床            |
| 15 | 184           | 出口              |
|    | 185           | 冷凝器             |
|    | 186           | 压缩机或鼓风机         |
|    | 187           | 冷凝物流            |
|    | 188           | 换热器             |
| 20 | 189           | 进口              |
|    | 190           | 181床出口          |
|    | 191           | 182床进口          |
|    | 192           | 182床出口          |
|    | 193           | 185冷凝器出口/183床进口 |
| 25 | 194           | 183床出口          |
|    | 195           | 183床出口          |
|    | 197           | 惰性补给物流          |
|    | 198           | 出口              |
|    | 199           | 冷凝器进口           |
| 30 | 211, 212, 213 | 酯化反应器           |
|    | 214           | 管式反应器           |
|    | 215           | 管式反应器           |

|    |                                                            |              |  |
|----|------------------------------------------------------------|--------------|--|
|    | 216, 217                                                   | 蒸汽出口管线       |  |
|    | 221                                                        | 固体罐          |  |
|    | 222                                                        | 固体计量装置       |  |
|    | 223                                                        | 重量送料器        |  |
| 5  | 224                                                        | 回流管线         |  |
|    | 225                                                        | 泵            |  |
|    | 226                                                        | 换热器          |  |
|    | 227                                                        | 管式反应器        |  |
|    | 228                                                        | 另外的酯化工艺管式反应器 |  |
| 10 | 229                                                        | 排出管线         |  |
|    | 230                                                        | 循环管线         |  |
|    | 231, 232                                                   | 蒸汽管线         |  |
|    | 233                                                        | 换热器          |  |
|    | 234                                                        | 进料点          |  |
| 15 | 235, 236, 237                                              | 缩聚反应器        |  |
|    | 238                                                        | 齿轮泵          |  |
|    | 239                                                        | 出口           |  |
|    | 240                                                        | 入口管线         |  |
|    | 241, 242                                                   | 料封管          |  |
| 20 | 243, 244, 245                                              | 排空管或真空集管     |  |
|    | 246                                                        | 降压装置         |  |
|    | 247                                                        | 料封管          |  |
|    | 251, 252, 253, 254, 255, 256, 257, 258, 259, 260, 261, 262 | 阀            |  |
|    | 263                                                        | 泵            |  |
| 25 | 264                                                        | 第二泵          |  |
|    | 265                                                        | 第一拖车         |  |
|    | 266                                                        | 第二拖车         |  |
|    | 271, 272, 273, 274, 275, 276                               | 自动阀门         |  |
|    | 290                                                        | 安全喷淋贮水罐      |  |
| 30 | 291                                                        | 安全喷淋出口       |  |
|    | 292                                                        | 造粒机配水回路      |  |
|    | 294                                                        | 过滤水蓄池        |  |

|    |     |          |
|----|-----|----------|
|    | 295 | 适合的泵     |
|    | 296 | 下游热交换器   |
|    | 298 | 过滤器      |
|    | 299 | 下游化学添加剂站 |
| 5  | 300 | 切粒机/造粒机站 |
|    | 302 | 独立的水管线路  |
|    | 303 | 下游泵      |
|    | 304 | 冷却塔      |
|    | 306 | 液面控制     |
| 10 | 307 | 水收集皿     |
|    | 308 | 冷却塔供水回路  |
|    | 310 | 泵        |
|    | 311 | 下游冷水用户   |
|    | 312 | 水吹扫管线    |
| 15 | 314 | 吹扫控制器阀   |
|    | 315 | 水位调节     |
|    | 316 | 聚合物供应管道  |
|    | 317 | 聚合物挤压模头  |
|    | 318 | 熔融聚合物线料  |
| 20 | 320 | 真空泵      |
|    | 321 | 级间冷凝器    |
|    | 322 | 第一EG蒸气射流 |
|    | 324 | 喷雾冷凝器    |
|    | 325 | 液封容器     |
| 25 | 326 | 过滤器      |
|    | 328 | 冷却器      |
|    | 330 | 第二EG喷嘴   |
|    | 331 | 排出管道     |
|    | 334 | 真空管      |
| 30 | 335 | 冷凝器      |
|    | 336 | 第二计量容器   |
|    | 337 | 泵        |

|    |     |          |
|----|-----|----------|
|    | 339 | 下游过滤器    |
|    | 340 | 冷却器      |
|    | 343 | 控制阀      |
|    | 400 | 酯化开始     |
| 5  | 401 | 酯化结束     |
|    | 402 | 酯化分离     |
|    | 403 | 缩聚启动     |
|    | 404 | 第一缩聚阶段结束 |
|    | 405 | 第二阶段缩聚启动 |
| 10 | 406 | 第二阶段缩聚结束 |

### 发明详述

参考以下本发明优选实施方案的详细说明以及其中包括的实施例、附图及前述和之后的说明可以更容易地理解本发明。

15 在公开和描述本发明的化合物、组合物、制品、装置、和/或方法之前，应当理解，本发明不局限于特定的合成方法、特定的工艺、或特别的设备，因为这些当然是可以变化的。还应理解，此处使用的术语仅仅用于描述特定的实施方案，并不旨在限定。

20 在本说明书和之后的权利要求中，将提及大量的术语，它们应定义为具有如下含义：

当用于本说明书和后面的权利要求时，单数形式"一个"、"一种"和"所述"包括复数指示物，除非上下文另有清楚的规定。因此，例如，提到一个管式反应器时，包括一个或多个管式反应器。

25 范围在本发明中可以用如下方式表达：从"约"某一特定值，和/或到"约"另一个特定值。若这样表达一个范围，另一个实施方案包括从某一特定值和/或到另一个特定值。类似地，若通过使用前述"约"将数值表示为近似值时，应理解为该特定值形成另一个实施方案。还应理解，各范围终点明显同时与另一个终点有关，并独立于另一个终点。

30 "任选"或"任选地"指随后描述的事件或情况可能或可能不发生，而且说明书包括所述事件或情况发生的情况以及其不发生的情况。例如，短语"任选加热"指该材料可能或可能不被加热，而且这样的短语同时包括加热和不加热的工艺。

残基指在特定的反应流程中所得的化学物种产物，或随后的制剂或化学产物的部分，不管该部分实际上是否得自所述化学物种。因此，聚酯中的乙二醇残基是指聚酯中一个或多个 $-OCH_2CH_2O-$ 重复单元，不管乙二醇是否用于制备聚酯。类似地，聚酯中癸二酸残基指的是聚酯中一个或多个 $CO(CH_2)_8CO$ 部分，不管该残基是由用于得到聚酯的癸二酸还是其酯反应来获得聚酯的。

用于本文时，预聚物反应器是第一缩聚反应器，通常是在真空下，且聚合物链长度从进料时1-5的长度生长为出料时4-30的长度。该预聚物反应器通常对所有聚酯具有相同的功能，但是一些聚酯具有短的目标链长，如10-30。对这些短目标链长的产品，不需要后缩聚反应器(如下文定义)，因为预聚物反应器将提供最终产物。后缩聚反应器是最后一个熔融相缩聚反应器，通常在真空下，并将聚合物链生长到希望的产物链长。

用于本文时，对于聚酯工艺"传统的"工艺或设备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)工艺或设备，或反应蒸馏、汽提塔、或精馏塔工艺或设备、或具有内部构件的罐、螺杆、或捏合机工艺或设备。用于传统的缩聚工艺的典型CSTR反应器是涂膜或薄膜反应器。

现在将详细参考本发明的优选实施方案，其中的实施例在附图中得到图解。只要可能，在全部附图中使用相同的参考数字指代相同的或相似的部件。

本发明包括将反应物转化为聚酯的设备和方法。更具体地说，在一个实施方案中，在第一步骤中，本发明将起始物料(也称为原料或反应物)反应成为单体(也称为聚酯单体)，然后，在第二步骤中，本发明将单体反应成为低聚物(也称为聚酯低聚物或预聚物)，然后成为最终的聚酯(也称为聚合物或聚酯聚合物)。如果具有酸端基的物质被送到第一步骤，如对苯二甲酸或间苯二甲酸，则第一步骤称为酯化反应或反应器。如果起始物料具有甲基端基，如对苯二甲酸二甲酯或间苯二甲酸二甲酯，则第一步骤或第一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，酯化和酯交换可互换使用且通常称为酯化，但是应当理解，酯化或酯交换取决于起始物料。同样应该理解，酯化工艺的产物除了单体之外还可以含有低聚物。缩聚工艺

可以是一个集成工艺或可以细分成为两个子部分，预聚物工艺和后续加工工序。在预聚物工艺中，产物包括单体、低聚物、和聚合物，通常低聚物占大多数。在后续加工工艺中，工艺排出物通常包括低聚物和聚合物，大部分排出物是聚合物。在酯化工艺中，可以有少量的聚合物流出该工艺。同样，在后续加工工艺中，可以有少量单体流出该工艺。

第二步骤称为缩聚工艺或缩聚反应器。在该实施方案中，第一步骤或酯化反应器的带压进口侧在大约大气压或更高压力下流出，而第一步骤的产物，其注入第二步骤中，则基本上是单体。在第二步骤中，单体转化为低聚物，如果希望的话，其可以在例如反应器中的第一压力分离装置，如料封管(seal leg)中分离。如果不分离，低聚物在管式反应器中进一步转化为聚合物。

在另一个实施方案中，第一步骤的带压进口侧在真空下流出(在一个实施方案中，基本上将预聚物反应器放置在酯交换或酯化反应器顶部)，低聚物是第一步骤的主要产物，并且或者作为最终产物分离或者进料经过第二步骤，其中低聚物反应形成聚合物。

本发明关注用于不同反应器的多种不同的布置。在一个实施方案中，酯化反应器是与缩聚反应器隔离且截然不同的反应器。在酯化反应器中制备得到单体，并且该单体被送到缩聚反应器中以生成聚合物。在另一个实施方案中，预聚物反应器被置于酯化反应器的顶部形成隔离或者集成的单元，由此从结合的酯化/预聚物反应器制备低聚物，后者被送到缩聚反应器。用于本文时，对于组合反应器提及的集成指两个反应器结合在一起，从而它们彼此保持流体连通，而且反应器基本上彼此难以区分并形成一整个反应器系统。在另一个实施方案中，缩聚反应器形成带有酯化反应器的集成单元。反应物被投入酯化反应器中，并通过该集成单元制备最终的聚酯聚合物产物。在另一个实施方案中，预聚物反应器与酯化反应器结合使用，或者作为两个独立的单元或者作为单一的集成单元使用。分离来自预聚物反应器的低聚物产物作为最终产物。另外，本发明提供用于制备单体的酯化管式反应器。在另一个方面，本发明提供缩聚管式反应器设备及工艺。若酯化和预聚物反应器形成一个集成单元，通常在反应器之间有排出管线以排出水副产物；因此，排出管线作为从酯化到预聚物反应器的相

交点。

本工艺适用于任何聚酯。这样的聚酯含有至少一种二羧酸残基和至少一种二醇残基；在上下文中残基应该广义地理解，例如，二羧酸残基可以用二羧酸或者用二酯通过酯交换形成。更具体地说，适合的  
5 二羧酸包括优选具有8-14个碳原子的芳族二羧酸，优选具有4-12个碳原子的脂肪族二羧酸，或者优选具有8-12个碳原子的环脂族二羧酸。二羧酸的实例包括对苯二甲酸，邻苯二甲酸，间苯二甲酸，2,6-萘二甲酸，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-丙二醇，二羧酸，琥珀酸，戊二酸，己二酸，壬  
10 二酸，癸二酸，及其混合物，等。酸组分可以通过其酯实现，如用对苯二甲酸二甲酯。

适合的二醇包括优选具有6-20个碳原子的环脂族二醇或优选具有3-20个碳原子的脂肪族二醇。这种二醇的实例包括乙二醇(EG)，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，  
15 戊烷-1,5-二醇，己烷-1,6-二醇，新戊二醇，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-乙基己二醇-(1,3)，2,2-二乙基丙烷-二醇-(1,3)，己二醇-(1,3)，1,4-二(羟乙氧基)-苯，2,2-二(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，2,2-二(3-羟乙氧基苯基)-丙  
20 烷，2,2-二(4-羟丙氧基苯基)-丙烷，异山梨醇，对苯二酚，BDS-(2,2-(磺酰基双)-4,1-亚苯基氧))二(乙醇)，其混合物，等。聚酯可以由一种或多种上述类型的二醇制备。

优选共聚单体包括对苯二甲酸，对苯二甲酸二甲酯，间苯二甲酸，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  
25 醇，1,4-环己烷-二甲醇(CHDM)，1,4-丁二醇，聚四甲撑二醇，反DMCD，偏苯三酸酐，二甲基环己烷-1,4二羧酸酯，十氢化萘-2,6-二羧酸二甲酯，十氢化萘二甲醇，十氢化萘-2,6-二羧酸酯，2,6-二羟甲基-十氢萘，氢醌，羟基苯甲酸，其混合物，等。还可包括双官能的(A-B类型，其中端基不同)共单体，如羟基苯甲酸。

30 共单体，正如在常规方法中那样，可在整个工艺中从酯化开始到缩聚工艺的任何地方加入。特别是，对于本发明而言，共单体的加入位置包括但不限于，紧邻酯化反应器进口处，紧邻酯化反应器出口处，

酯化反应器进口和出口之间的某个点，再循环回路中的任何地方，紧邻预聚物反应器进口处，紧邻预聚物反应器出口处，在预聚物反应器进口和出口之间某个点，紧邻缩聚反应器进口处，以及在缩聚反应器进口和出口之间某点处。

5       应该理解，用于本文时，术语聚酯意图包括聚酯衍生物，其包括但不限于，聚醚酯，聚酯酰胺和聚醚酯酰胺。因此，为简单起见，本说明书和权利要求全文中，术语聚酯、聚醚酯、聚酯酰胺和聚醚酯酰胺可以互换使用而且通常称为聚酯，但是应当理解，特定的聚酯物种取决于起始物料，即，聚酯前体反应物和/或组分。

10       本发明工艺生成的聚酯是聚酯均聚物及适合用于各种应用，包括包装、胶片、纤维、薄片、涂料、粘合剂、模制品、等中的共聚物。本发明某些聚酯特别优选用于食品包装。在一个实施方案中，聚酯包括二羧酸组分，其包括对苯二甲酸或间苯二甲酸，优选至少约50摩尔%对苯二甲酸，在一些实施方案中，优选至少约75摩尔%的对苯二甲酸，  
15       和二醇组分，其包括至少一个选自乙二醇、环己烷二甲醇、二甘醇、丁二醇及其混合物的二醇。聚酯可进一步包括，基于100摩尔%二羧酸和100摩尔%二醇，含量高至约50mol%的一种或多种不同的二羧酸的共聚单体残基，和/或高达约50mol%的一种或多种二醇。在某些实施方案中，可能优选二羧酸组分、二醇组分的共单体改性或各自独立地高达  
20       约25摩尔%或高达约15摩尔%。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，及其混合物。

在一个实施方案中，反应物包括对苯二甲酸和乙二醇。在另一个实施方案中，反应物包括对苯二甲酸二甲酯和乙二醇。在又一个实施方案中，反应物包括对苯二甲酸，乙二醇，和CHDM。

25       优选聚酯包括，但不限于聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)，PETG(用CHDM共聚单体改性的PET)，PBT的均聚物和共聚物，完全芳化的或液晶聚酯，可生物降解的聚酯，如那些包括丁二醇、对苯二甲酸和己二酸残基的聚酯，聚(对苯二甲酸环己烷-二醇酯)的均聚物和共聚物，CHDM和环己烷二羧酸或环己烷二羧酸二甲酯的均聚物和共聚物，及其混合物。  
30       在一个实施方案中，聚酯是PTA和EG反应制备的PET。在另一个实施方案中，聚酯是PTA、EG和CHDM反应制备的PETG。在一个实施方案中，反应物不包括酸酐。在一个实施方案中，聚酯不是聚碳酸酯或PBT("聚

对苯二甲酸丁二酯"), 或由邻苯二甲酸酐或马来酸酐制成的聚酯。

本发明管式反应器工艺还可以用于对苯二甲酸被酯化、氢化、并聚合形成PET(或PETG, 如果还添加CHDM)的工艺酯化、缩聚、或两者兼有, 如2000年8月29日提交的美国申请60/228, 695、2001年3月20提交  
5 提交的美国申请09/812, 581所公开的, 其均在此引入作为参考。

本发明的聚酯还可以包含少量的三官能团或四官能团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, 或其他通常本领域已知的可形成聚酯的多酸或多元醇。还可使用交联或支化剂。另外, 尽管不需要, 如果希望时仍可使用通常用于聚酯的添加剂。这  
10 样的添加剂包括, 但不限于一种或多种催化剂, 色素, 调色剂, 颜料, 炭黑, 玻璃纤维, 填充剂, 冲击改性剂, 抗氧化剂, 稳定剂, 阻燃剂, 再加热助剂, 乙醛分解化合物, 氧清除化合物, 紫外吸收化合物, 阻挡层改进添加剂, 如小片颗粒, 黑色氧化铁, 等。

若对苯二甲酸用作反应物之一, 通常使用纯化的对苯二甲酸作为  
15 反应物而不是未纯化的对苯二甲酸(TPA)或粗TPA(CTA), 尽管TPA和/或CTA也可用于本发明。

本发明的工艺涉及熔体聚合, 即本发明的工艺在熔融相中进行, 其中反应物处于流体状态。这将与先有技术中某些聚酯工艺使用的固体缩聚相反; 但是, 本发明包括其中固体缩聚安排在液相缩聚之后的  
20 工艺。因此, 本发明管式反应器工艺适合于流体过程。本发明的聚酯缩聚工艺还与其他聚合物工艺截然不同, 如, 乳液基聚合, 其通常需要第二或甚至另外的溶剂, 而聚酯缩合不需要, 并且也不同于烯烃聚合, 其不需要如缩聚情况下的两步反应。

本发明的工艺可以在酯化或缩聚工艺出口处实现完成或基本上完成酯化反应。更具体地说, 本反应的工艺在各方面, 可以达到至少80%  
25 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, 其中完成是本领域通常使用的术语, 指100减去羧端基的残余摩尔%再除以非酸端基。

在实施本发明时, 第一步骤优选在管式反应器中进行。还优选第  
30 二步骤, 其在第一步骤之后进行, 在同一个或不同的第二管式反应器中进行。但是, 如本领域技术人员所理解, 可以用传统的先有技术工艺进行酯化步骤然后可以在本发明的管式反应器中进行缩聚步骤。类

似地，可以用本发明的管式反应器进行酯化步骤并用先有技术工艺进行缩聚步骤。根据本发明，第一或第二步骤至少一个在管式反应器中进行。

用于本文时，基本的管式反应器设备，如本发明中公开的本领域已知的那些设备一样，适合于其他应用场合，而且通常基于用以代替传统反应器的标准管道。一般地说，本发明中管式反应器通常是轴向伸长的、基本上圆柱形的设备，尽管形状可能改变，如正方形或矩形，只要不对本发明目的有害。在本发明某些方面，管式反应器可以简单地是中空或空的或基本上是中空或空的管道或管。中空或空的，如本发明中的定义，指该管道或管中没有出现在传统反应器以及一些管式反应器中的另外的装置或内部构件，特别是没有用于搅拌、传输、或加热反应器或排出流体的内部构件，如搅拌器，静态混合器元件，用于控制流体流动分布或搅拌的protruberences，填料，刮刀，转动圆盘，如，在涂膜或薄膜反应器中使用的那些，挡板，托盘，溢流管，螺杆，加热或冷却盘管。用于本文时，中空或空的允许在管线中放置测流装置，如孔板，或流动控制装置，如控制阀或溢流堰。在本发明的一个方面，管道或管具有光滑的内表面。本发明的管式反应器在管道内部不需要表面积增加增加部件，也不需要成膜增强剂，如先有技术一些管式反应器设计中所使用的。

对于用于本发明第一和/或第二步骤的管式反应器，性状的选择标准与制造先有技术的传统反应器时通常考虑的标准相似。例如，设计者可以考虑希望的生产能力，质量，搅拌，传热面积，以及分离等指标。设计者还可考虑由传统反应器的操作及设计决定的信息，如反应器的有效容积，传热面积，液体表面积，蒸汽流动速率，反应器蒸汽速度，流进和流出反应器的工艺流速，并且也可以考虑传热介质流速。更具体地说，设计者可以根据现有反应器、反应器设计型号、工程计算、其它设计标准来决定反应器体积。本反应器各区所需的各管径的长度 $l$ ，可根据反应器体积 $V_r$ ，和下式计算：

$$l = V_r / (\pi r^2),$$

其中 $r$ 是管道半径。

各区所需的表面积， $A$ ，可以如下计算：

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

其中 $h$ 是液体在管道中的高度，其中 $r$ 大于 $h$ 。

这些计算可以对于各反应区反复进行，计算时考虑传热面积，蒸汽速度(在最标准的反应器中蒸汽流动是垂直的，而在管式反应器中通常是水平的)，以及工艺流速率。用这种方法，可以确定各个管径的长度。应该理解，不是所有的管径都将满足所有反应器条件的要求。图3包含一个计算实例。管道尺寸太小可能会造成泡沫问题，因为泡沫不能破裂，而太大的管道尺寸则可能在流体高度范围内产生太大的压降。本反应器不受这些设计标准的限制，因为其他因素可能会导致非最优的成本设计，如材料可得性或反应器面积的次优化。在某些方面，管道尺寸从2英寸到24英寸，优选6英寸到16英寸，更优选12到16英寸。

反应条件(温度，压力，流速，等等)以及加入到反应器中的物质(反应物，共反应物，共单体，添加剂，催化剂，等)可以是相应的先有技术聚酯反应中通常发现的那些，但是本发明的工艺甚至允许较本领域所用条件更宽的操作条件。即，在本发明中，管式反应器的使用不一定需要改变反应条件或加入到反应器中的物质本身。但是，反应条件可以不同，并且事实上，可以用本发明的管式反应器系统得以改进。在某些实施方案中，管式反应器的条件改进得超过了先有技术反应器的条件，使得可以有提高的性能，如更高的产物纯度(例如，更低的DEG杂质)或改善的颜色。

本领域技术人员可以以先有技术制备聚酯的方法为基础作为起点决定这样的参数。在一个方面，先有技术中的操作条件是反应器温度为20-400℃，优选在反应器序列中任何给定的点上超过流体本体的熔点，压力为从完全的真空到500psig，停留时间高达约8小时，而摩尔比为以乙二醇残基对二羧酸残基的摩尔数比为基础计，从1.005:1-6.00:1，其中酸残基可以基于酯而乙二醇残基可以基于二醇。普通技术人员在考虑本发明公开的内容之后，可以很容易地对这些条件或其他先有技术操作条件加以改进并对本发明的管式反应器设计进行优化。

除了这些总的概述之外，以下将详细地讨论特定的酯化和缩聚管式反应器工艺和设备的考虑因素和属性，以及可以与本发明的管式反应器系统一起使用或与其分离的设备。

### 酯化步骤

对于在本节"酯化步骤"下进行的以下讨论,包括所有小节(压力分布,加热,等),除非具体有相反说明,在本节下文所讨论的本发明工艺和设备同等适用于并可用于缩聚工艺和设备。

- 5       如上所述,在一个实施方案中,第一步骤包括使用管式反应器使起始物料反应形成单体。在图2所示的一个实施方案中,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,管道的内表面横截面是圆形,正方形或矩形,优选圆形,从而形成内径。

- 10       对于酯化和缩聚管式反应器,管式反应器优选由与流过内表面的物质不反应的物质形成,举例来说包括钢,铁,合金,钛,镍基合金,不锈钢,碳钢,镍,铝,铜,铂,钯,锂,锆,锰,钴,锌或其组合。其他建造材料包括,但不限于,玻璃,陶瓷,管道钢管,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),氯化聚氯乙烯(CPVC),聚丙烯(PP),玻璃纤维,特氟纶,和增
- 15       强的环氧树脂。由于其性能、可得性和成本,通常使用不锈钢,镍基合金和钛。对于酯交换和缩聚两者来说,催化物质也可用于管道。

- 20       使用中,反应物通常在邻近或接近进口(即,较出口相比更接近进口)或靠近进口(紧邻或就在进口处)加入到管式反应器中。反应物流过管式反应器时,反应物在管式反应器内彼此反应形成单体,从而形成的单体从出口流出。但是,不是所有的反应物必须在从进口穿越到出口过程中反应成为单体(即,一部分反应物可能从出口流出而不反应成为单体),这仍然属于本发明的范围。另外,一部分单体可能反应形成低聚物,这仍然属于本发明的范围。在邻近或接近管式反应器的进口处加入或注入的反应物可以呈以下形式:液体,气体,固体,或浆液,
- 25       或其他相混合物。

- 30       反应物以液体形式加入最容易(例如,EG和DMT),因为反应物可以独立地直接泵入管式反应器的进口或进口上游或下游的另一个位置。在一个特定的设计中,一种反应物可以通过管式反应器进口加入而另一种反应物在进口上游处加入。在另一个特定的实施方案中,一种或多种反应物可以通过进口加入而另一种反应物可以在沿着进口和出口之间的管式反应器长度方向的一个或多个位置上加入。

若反应物是流体,则可以使用泵在超过大气压的压力下排放反应

物，通常邻近管式反应器的进口。更具体地说，泵可以在足以使物质横越管式反应器并从出口流出的压力下排放反应物，这包括克服摩擦力或损失，势能(高程头)的改变，及其他阻止物质流过管式反应器的力。所述泵可以是本领域中已知的任何泵，其非限定性的实例包括离心泵，包括在线立式离心泵；正排量泵；驱动(活塞)；螺杆(双头，单头，定时，不定时)；旋转(齿轮，多重-旋转螺杆，圆周活塞，lore，旋转阀，或柔性构件)；喷嘴(单喷嘴或多喷嘴的喷射器)；或弯管泵。反应物可以独立地泵送或事先混合并一起泵送。

流体反应物容易泵送，无论是单独或是混合在一起，但是固体反应物就有更多的问题。如下文更详细讨论的，固体反应物可以用浆料泵，搅拌罐，独特的混合及供料系统，和浆料罐整合形成的再循环回路，或这些设备及方法的组合加料。需要适当的混合以溶解液体中存在的任何固体，并提供气体/液体的混合以驱动酯化反应。通常，优选气体/液体混合物在酯化反应器中处于起泡或泡沫状态。

### 压力分布

在优选实施方案中，反应物在邻近管式反应器进口处内表面的压力，与单体和/或反应物在邻近出口处内表面的压力相比，更高或更大。为实现该压力差，管式反应器的进口优选布置在出口垂直下方处(如图2所示)以使压差主要源于管式反应器内表面内含有的流体产生的静压。即，下游和上游位置之间存在静压，这样的话，当流体向上通过管式反应器流动时压力降低。静压是液体密度(温度和组成)、截面含汽量(所添加反应物，温度，形成的反应副产物，从反应器中移走的气体量)，管式反应器两点间高度或垂直差，以及因管道中的流动所产生的压降(流速，粘度，管径)的函数。

酯化管式反应器还可以采用不同的形状。例如，在一个设计中(未示出)，管式反应器在进口和出口间基本上是线性的，从而管式反应器轴向伸长。在另一个实施方案中，管式反应器基本上是非线性的。在另一个实施方案中，管式反应器交替具有线性和非线性部分。

管式反应器可以基本上是垂直的，水平的，或两者之间任何角度。管式反应器的取向可与垂直面呈任何角度，从0度(垂直，即垂直于地面或地基)到90度(水平或与地平线平行)。在不同的方面，管式反应器

相对垂直面可以成0、10、20、45、60、75、85、89、或90度角。管式反应器与垂直面取向角度取决于多个条件，特别是所制备的产品以及希望的压力分布。例如，对于PET生产来说，如果使用对苯二甲酸，优选呈水平取向，而如果使用DMT工艺的话，优选呈垂直取向。对于PETG来说，优选垂直取向。

在不同的实施方案中，酯化管式反应器可以具有垂直构型。在这种垂直构型的各种不同的实施方案中，管式反应器进口可以位于出口垂直下方至少20，50，75，80，90，或100英尺处。在其他实施方案中，进口可以位于出口从20到200，从50到200，从50到175，从90到150，或从100到140英尺的垂直下方。

另一个同等可行的设计包括进口和出口间非线性的管式反应器。一种这样的设计示于图2，其中管式反应器在前平面图中是蛇形的。其他非线性管式反应器的剖面图包括，但不限于，螺旋状；卷轴状；盘绕；盘管；扭曲；盘绕(在曲线中移动)；卷绕；扭曲；曲流；弯扭；蜿蜒；和/或曲径设计。

在另一个设计中，管式反应器从进口到出口以非线性的、水平的趋向进行，然后以另一个非线性的水平的趋向在垂直方向上到另外一个液位，而且这一过程可以重复到任何希望的高度(和宽度/长度)。这形成一种具有层状的非线性、水平运行的填充设计。

在选择性的实施方案中，酯化(或缩聚)反应器可以是垂直上下升高的一个系列。具体来说，酯化反应器(或缩聚)将可与图2相比，但是旋转90度。即，参考图16，起始物料在12处注入并以交替的模式垂直向上前进，然后垂直向下。该设计使得进料在压力下进入，然后进到低压区，然后返回到高压，随后来回交替。在低压区可以排除蒸汽。排出物在11处排出。

在这些非线性的设计中，管式反应器优选包括布置在进口和出口之间的弯管。弯管通常形成四十五(45)或九十(90)度的角度，但是也可以期待其他角度。反应物和/或单体横向通过弯管时，各弯管改变管式反应器内的流动方向。流动方向可以相对于一个固定的水平面，如建筑物的地板，或相对于一个固定的垂直面，如建筑物的墙壁，或同时相对于固定的水平和垂直平面变化。当反应物和单体流过弯管时，与管式反应器的直段相比，物质发生更有利的混合。

同样期待用以得到希望的压力分布的管式反应器设计。如本领域技术人员所理解，当反应物和/或单体是液态时，当沿着水平取向的一部分管式反应器流动时，液体压力基本上是恒定的。即，沿管式反应器的水平段不存在静压差，但是当液体向下游流动时却会产生摩擦损失，其可能改变沿管式反应器水平段的压力。相反，当管式反应器的那一部分取向更垂直地流向下流时，流体压力以增加的速率降低。

现在参考图10和11，这些工程原则可以用于本发明的实施方案中以形成反应物和/或单体流过管式反应器时的希望的压力分布。附图11的分布图21-25相当于图10的视图21-25。管道构型的变化改变了压力分布。图10和11原则上是正确的，但是事实上，沿水平管的压降将仅仅因沿着管道长度方向的摩擦压降降低。水平管段的垂直连接将导致管式反应器中压力显著降低。因此，表明压力与长度或时间关系图的图11，事实上，将出现脉动，而不是以所述的一元方式出现。考虑到对简图的这些理解后，将描述各种构型。图10的视图21是一系列等距管道，其导致反应器中压力直线降低，假定流体密度和截面含汽量相等。视图22示出起初时具有较小压降而在上方四个加宽间距的反应器段具有较大压降的管式反应器。图10的视图23中描述的管式反应器由于纵断面的增加而具有大的初压降，而在反应器最后四个段却具有较小的压降。视图24示出具有四个区域，每一区域具有较小压降而在各区域之间具有较大压降的管式反应器。视图25的设计使得反应器压力逐步降低。如上所述，视图21至25的压力分布以分布图21-25的方式示于图11中。应该理解，本发明中所述的构型仅仅是例证性的。基于本发明讨论的原则可以设计出许多其他的构型。

在另一个实施方案中，预期进口与出口在大约相同的垂直高度上（即，管式反应器取向基本上是水平的），从而基于当物质沿着管式反应器内表面流过时发生摩擦损失这一点，进口压力将大于出口压力。进口和出口之间的压差不会象进口较出口在垂直方向上更高的实施方案中那么大。反应器的管道取向使得进口位于出口垂直上方同样在本发明的范围内。

酯化反应器的顶部压力可以在真空之下从而流体在真空作用下向上移动。在一个方面，在真空段之前，可使用排空管排除大部分水。在该实施方案中，缩聚反应器的第一部分可以位于酯化反应器的顶

部。这将使得装置工艺更小，一部分缩聚工艺/设备在酯化侧。在另一个实施方案中，它还将消除设备中最长的料封管。另外，在另一个方面，在反应器管线中可以在排空管之后使用换热器。

## 5 加热

加热反应物提高反应速率有助于促进单体和缩聚的形成。因此，本发明另一个任选的特性包括，用于加热穿越管式反应器的反应物和/或单体的装置。此外，通过以下方式沿着管式反应器内表面将物质加热至沸腾会增加混合：(1)在沸腾生成的气体/蒸汽和流经管式反应器的周边液体(或固体)之间形成浮力差和(2)破坏通过管式反应器内表面和与内表面接触的物质之间的摩擦力形成的界面层。在不同的方面，酯化工艺、缩聚工艺、或酯化和缩聚工艺中的至少一部分流体被加热至沸腾以提供有效地混合。在其他方面中，至少一些流体可以用其它方式沸腾，例如，通过降低系统压力或添加比需要沸腾的流体具有更高的蒸气压的组分。如本领域技术人员所理解，最高的传热速度发生在泡核沸腾的时候(即，生成单个气泡或气泡列)，但是也关注其他类型的沸腾。

下表提供了本发明可能加工的示例性组分的沸点。当然也可以使用其他不同于以下所列的组分：

20

| 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      | 高于475 |
| 偏苯三酸酐     | 390   |

|                |          |
|----------------|----------|
| 乙酸锌            | 100脱水后升华 |
| 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      |

管式反应器加热方法可以有多种形式。管式反应器可以由通过不同表面的多种介质加热。更优选，本发明包括这样的传热介质 ("HTM")，其沿着至少部分管式反应器，在其进口和出口之间与管式反应器的部分外表面保持热连通。传热介质可以限定外表面的整个外径并基本上扩展到管式反应器的全长。热量还可以通过插入换热器或通过添加热的或处于蒸汽态的反应物加入。在一个方面，在PET或PETG工艺中，乙二醇和/或CHDM可以以热的或蒸汽态加入。或者，可以使用感应加热或微波加热。

- 5 换热器可用于反应物进料管线中以加热或蒸发反应物。换热器还可以在管式反应器中间使用，其中管式反应器呈不同的段，而且来自于一个段的每一排出物通过换热器送料以加热反应物和/或单体单元。如果将无夹套管道用于管式反应器，则管式反应器系统的中间的这种换热器是特别合适的。换热器可以是反应器序列中的低成本部件，这取决于夹套管的安装费用与换热器安装费用的比较。通常，在酯化和早期缩聚中，流体的温度控制着停留时间，因此热量输入可能取代反应动力学而成为限制设计因素。因此，为将体积和成本减到最少，快速加热可以增强该工艺。换热器可以在沿着长度的任何位置插入，如进口和出口之间或紧邻或邻近酯化反应器、缩聚反应器或再循环回路的出口或入口或任何反应器之间(在酯化反应器、缩聚反应器之间，或在酯化和缩聚反应器之间)，邻近或紧邻任何酯化或缩聚反应器

的出口或入口，或紧邻、邻近、或在任何气动提升器内。优选，换热器位于各反应器段的起点，在那里由于蒸发冷却了流体造成压力改变。因此，如下所述，将换热器插入到、紧邻、或邻近气动提升器是有益的。如果非夹套型管道用于酯化，则低成本选项是在酯化工艺开始时使用换热器，并且沿着反应器长度方向使用另外的换热器以在副产物蒸发的同时保持温度回升。在一个方面，换热器在酯化工艺的起点处更为靠近而在稍后间距变大，因为副产物的蒸发量在酯化开始时更大。

传热介质的一个实例包括在管式反应器外表面包裹的多种电加热部件。还关注用夹套管盘绕外表面，其中夹套管具有大于管式反应器外表面的内表面以在其间形成环隙。然后传热介质，例如包括液体，蒸汽，水蒸汽，过热水，压缩气体，冷凝蒸汽气体，输送的固体，电伴热，电加热部件，或其组合，安置在环形空间内。为了使用流体传热介质(即，液体，蒸汽，或水蒸汽)，环形空间应该在横向密封从而使流体在进口和出口之间纵向流动。更具体地说，在该实施方案中，希望使用这样的流体传热介质，其中流体在环形空间内的流动方向是沿着与物料流过管式反应器相反的方向(即，传热介质从出口流向进口，因为反应物和单体从进口流向出口)，尽管也可以使用并流HTM流路。

基于传热介质流速，设计者必须保证传热介质在工艺管道和夹套管之间的环形空间内的速率具有对管道设计有益的适当速率。对于本申请来说，通常认为从大约四到约十八英尺/秒的线速度是适当的。如果速率过高，则套管直径必须增加。

同样关注传热介质还可以在管内流动或位于管内，而工艺流体位于内管外表面和外管内表面之间的环形空间中。该设计降低了工艺管道的表面积并需要更大的外部管道，但是却可能对某些传热介质有利，如高压介质。HTM可以同时的工艺流体的内侧和外侧增加更多的面积，此时工艺流体在环隙当中。

如果反应器某段需要更多传热，则必须增加表面积对工艺体积的比例。这可通过使用直径较小的工艺管道实现。较小的工艺管道将提高工艺线速度，但是只要流速没有高到会产生管道的侵蚀而且不是在管式反应器的可拆卸部分，就是可接受的。这些较高的表面积区域将影响管式反应器的成本。如果工艺流速率过高，则使用多个平行管。

## 脱气

在从进口流到出口的时候，反应物、单体、低聚物、聚合物、和副产物可能由于化学反应、加热、或其他原因形成蒸汽或气体。本发明还任选地包括从管式反应器进口和出口之间和/或在出口、紧邻或接近出口处排除蒸汽的装置。这种脱除有助于将反应向有利的平衡驱动和/或将相流动控制在需要的流态。脱除位置可以是，在某些方面，在一个或多个或所有区域的末端("区域"指酯化区域和各缩聚区域)和/或在各反应器区域内的一个或多个位置。

参考图20A，示出水平管中两相流的八种不同的流动体系。暗区表示液体而亮区是气体。在泡流中，气体气泡以与液体大约相同的速率沿管道上部流动。在活塞流中，交替的液体和气体柱沿管道上部流动。在层状流中，液体沿管道的底部流动而气体在上方流过光滑的液体/气体界面。波流与层状流相似，除了气体以更高的速率移动而界面被沿流动方向移动的波扰乱之外。在段塞流中，翻滚的波被更快速移动的气体托起形成段塞，其以高于液体平均速率的速率通过管道。在环状流中，液体在围绕管道内壁的薄膜中流动，而气体在中心层以高速度流动。表面既不对称也不光滑，而是与飓风重叠的滚进波相似，称之为波流。在分散或雾状流动中，大部分液体作为喷雾被气体夹带。喷雾看起来好象是由高速气体从滚进波的顶点剥去液体生成的。沫状流与泡流相似，只是具有更大的气泡或空隙率。通常参见，Robert S. Brodkey, "The Phenomena of Fluid Motions", Addison-Wesley Series in Chemical Engineering, 457-459页，1967年。

对于本发明的酯化工艺，在管式反应器中的泡沫或泡流通常是操作的最佳区域，因为它提供有利于反应的蒸汽和液体优良的混合。对于本发明的缩聚步骤，管式反应器中的层状流是最佳流态，因为它提供蒸汽副产物从液体产物中优良分离。对酯化或缩聚来说，层状流对于本发明管式反应器中的排气也是最佳流态。图20B是 $By$  ( $lb/(hr\ ft^2)$ ，蒸汽质量速率的函数)对 $Bx$  (液体与蒸汽质量速率比值的函数)的双对数标尺Baker图，示出了水平管道中两相流各种不同的、典型的流动体系。主要参见，两相流Baker图，例如美国专利6,111,064，和Perry的化学工程手册(Chemical Engineers' Handbook)，第6版，5-40和5-41页，它们均在此引入作为参考用于所述目的。如上所述，泡沫或

气泡对于酯化工艺是最佳的，而层状流对于缩聚工艺的预聚和精制步骤是最佳的。段塞和活塞流可能存在损坏设备的风险，环状和分散流提供的停留时间太短，而波流将工艺液体夹带入气流中，在气体输送设备中产生淤塞。

- 5       在酯化早期，在某些实施方案中，可能存在固体，这样就会形成三相流。但是，上述最佳流态属于液体和气体的关系。固体事实上不会影响气体/液体流态，但是应该注意，为了清楚起见，如果存在固体，则它可能不是真正的两相流，因为可能存在第三相(固体)。

- 10       通过改变设备容量、提高再循环比例、改进工艺中再循环脱除的位置、排出蒸汽、改变管径、使用平行管、通过温度、压力、组成、添加稀释剂或惰性组分、或用其它方式改变物理参数来实现流体流态之间的变化。

- 15       参考图20B，对于酯化工艺来说，为了沿图形上右手方向移动，可以提高再循环量或比例以实现泡沫或气泡状态。为了在图形上向上移动，使用直径更小的管道。为了向左移动，使用另外的通路。对于缩聚工艺来说，如果蒸汽速度过高，则可以通过添加另外的平行管来降低蒸汽速度，以实现层流两相流流态。

- 20       图24示出本发明制备PET均聚物的一个实施方案中一种可能的两相流态。在该实施方案中，酯化反应器以泡沫或气泡流态起始于点400，并随工艺进行缓慢地向点401移动通过反应器。降低速率以在层状流中的点402上分离两相，然后通过第一压力区分离器，例如，气动提升器，在点403进入缩聚的第一段。该工艺沿着向点404的路线进行，直到到达第二压力区分离器将流态移动至点405。该工艺沿着通路进行流过点406到达最终的压力区分离器。未示出最后一个缩聚区域，因为它不在本图标尺内但是具有与前两个区域相同的模式。

25       另外，从系统中排出气体可以控制蒸汽流及液体对蒸汽流的比例。排气排除蒸汽。这使工艺向下(蒸汽流更少)及向右(更高的液气比)移动。以下实施方案示出可以用来在图中向任何方向移动以改变流态的一些方法。

- 30       通过控制流体在脱气附件中流速的降低以及同时控制从脱气附件中收集气体的排出，可以从泵送的液体中排出夹带气。更优选，现已发现，泵送液流中夹带的气体可以通过如下方法从泵送液体中分离：

即，在液流流路中引入一段脱气导管，并通过这样的竖管或流动受控排气管释放分离的气体。用于本文时，术语"夹带"等指存在于流体中的不溶气体；例如，以气泡、微泡、泡沫、沫等形式存在于流体中的气体。

- 5 在一个目前优选的实施方案中，蒸汽脱除装置或脱气装置，包括引入到管式反应器中的排空管或排气装置。排气装置的放置使得在管式反应器内表面内穿越的或者所有或者部分反应物和单体在从进口流到出口时也流过所述排气装置。

- 10 现在参考图7a-7f，排气装置的功能是将反应物和/或单体在管式反应器中的速率降低到足以允许将夹带气从反应物流体和/或单体中分离出来的程度。排气装置优选生成层状、层叠、非圆形的、两相气体/液体流。排气装置提供所需两相(气体/液体)流时速率降低的程度可由技术人员通过：(1a)可能存在的气泡的尺寸和流体的粘度，或(1b)液体和气体的物理特性，和(2)预期通过管式反应器的流速确定。排气装置内部尺寸的选择可提供较管式反应器邻近排气装置处横截面积更大的朝向流体输送方向的横截面积。基于质量流量原理，因为内径增加，所以相对于恒定流速的速率降低。通过用较慢的速率，气体上浮并离开溶液直到已释放的气体的压力阻碍其他气体从溶液中逸出。排出已释放的气体使其他气体逸出溶液，因为最初存在于溶液中气体和溶液外气体之间的平衡被移动。

- 15 对于在本公开内容中公开的反应物和/或单体中夹带气的分离来说，例如，需要排气装置来降低流经它的流体的流速并优选在排出和缩聚工艺中获得层积流两相流流态。流体在排气装置内的停留时间也通过选择排气装置的长度得到控制，以允许在排气装置内在降低的速率下有充分的时间实现夹带气从液体中适当的分离。对于特定流体的适当的停留时间可以由普通技术人员在考虑本公开内容之后或者用实验方法或者根据经验确定。

- 25 为了得到最好的结果，排气装置的布置或取向基本上呈水平方向，以便在其中流动的反应物和单体基本上水平流动，并在排气装置的顶部区域收集流体中的蒸汽和气体。希望的排气装置的特征使得从溶液中逸出的气体可通过任何能够使得液体在底部通过但是气体的流动却限定在顶部的设计来捕获。

可用于从液体反应物和单体中分离气体的几种设计方案包括，但不限于图7a-7f所示的那些。图7a-7f各实施方案具有用于接收流体和气体/蒸汽混合物的进口31，流体出口32，三通36，和气体/蒸汽出口33。排气装置可以包括偏心平底의渐缩管37以将流体的速度降低到层流态并将液体被夹带入蒸汽的情况减到最少。

渐缩管允许一定量的表面积，这样的话，液面的蒸汽速度就充分的慢以至于蒸汽在它释放的时候不会将液体一同拖走，以及有充分的液体通路横截面积，从而线速度可慢得足以使汽泡通过导致两相分离的浮力差而从液体中脱离出来。当对管径或反应器生产能力没有限制时优选渐缩管。如果管径受限而生产能力不受限，则可以用平行管道以替代渐缩管以在更短的通路长度中提供降低的线速度和更大的表面积。

排气装置优选具有大于管式反应器内径的有效内径(或更大的通流面积)。速率也可以用如图7f所示的多个平行管降低。在一个方面，图7f的系统在进口处不需要渐缩管。图7e和7f中的结构可以用38处的溢流堰进一步增强，该溢流堰在三通36和三通右面的弯管之间的管道顶部一半处(反向堰)。

当气体和蒸汽在排气装置内逸出溶液时，它们必须被移开。为此，排气装置优选进一步地包括与排气装置耦合在一起的直立脱气立管。脱气立管具有与排气装置保持流体连通的接收端和相对放置在进口垂直上方的排气端。尽管关注直管实施方案，但优选脱气立管在接收端和排气端之间是非线性的。

在一个实施方案中，排气进一步包括与排气口耦合在一起的直立脱气立管，其中脱气立管具有与排气口保持流体连通的接收端和相对布置在入口端垂直上方的排气端；且其中脱气立管在其接收端和排气端之间的长度方向上呈非线性延伸，且其中脱气立管由三个各自彼此保持流体连通的邻接段形成，第一段邻近接收端并基本上垂直地从排气端延伸，第二段与第一段耦合在一起且其取向从平面上看相对于第一段成一定角度，第三段与第二段耦合在一起且其取向从平面上看相对于第二段成一定角度，这样的话，第三段基本上呈水平取向。在一个方面，排气口是与第三段的水平管耦合在一起的第一段立管，第二段管以除0或90度以外的任何角度连接垂直与水平管，优选以45度角连

接。在不同的方面，对于第一段来说，基本上是垂直的，包括，其取向相对于垂直面所成角度为从约0到约60度，相对于垂直面从约0到约50度，相对于垂直面从约0到约45度，相对于垂直面从约0到约30度，相对于垂直面从约0到约15度，或与垂直面为约0度角（垂直）的第一段；第二段的取向与垂直面所成角度为从约5到约85度，从约15到约75度，从约30到约60度，或约45度；对于第三段来说基本上是水平的，包括其取向相对于水平面所成角度为正或负从约45到约0度，正或负从约30到约0度，正或负从约15到约0度，正或负从约5到约0度，或约0度。对于第三段来说，正或负意思是指第一和第二段通常放置的位置相对于垂直方向成一定角度，以使在那里通过的蒸汽或气体以向上的方向流动（液体开始向上前进，但是，在完全分离之后却以向下的方向运动返回所述工艺），而第三段的取向可以是向上，水平，或向下取向。在另一个方面，第一段取向相对于垂直面呈约0到约60度角，第二段取向相对于垂直面呈约5到约85度角，而第三段取向相对于水平面呈约0到约45度角。在另一个方面，第一段取向相对于垂直面为0度，第二段取向相对于垂直面为45度，而第三段取向相对于水平面为0度。优选，第一段取向相对于第二段成大约45度角，而第三段取向相对于第二段为大约45度角。优选，第三段与和其保持流体连通的工艺管线并流，如图7g所示，如果图7g的装置将直接放置或移动到图7a-7f上方，在那里出口33与进口34相连时将如所示的那样，或者如图8所示（假如单元137与三通36或139处于同一平面图平面上）。但是，第三段可能是逆流，或甚至介于并流和逆流之间。逆流能提供更有效的分离但是存在设备布置的缺点。因此，脱气竖管从第一到第二段形成非线性的通路，然后从第二段到第三段形成另一个非线性的通路。在另一个方面，第三段放置相对于水平面呈负45度角处，在第三段形成向下流动的通路，而对于这一方面来说，优选第三段的取向与第二段成90度角，其优选的取向是与垂直面成45度角。排气口是实现分离功能的成本极低的结构，因为排气口基本的管道设计没有活动部分，而且排气口可以仅仅是空管。

如图7g和图8所示，脱气立管的优选实施方案是由彼此保持流体连通的三个相邻段形成：邻近接收端并基本上从排气装置垂直延伸的第一段；与第一段偶合在一起且其取向从平面上看相对于第一段为大约

四十五度角的第二段；和与第二段偶合在一起且其取向从平面上看相对于第二段成大约四十五度角的第三段，从而使第三段基本上呈水平取向。

常见的构造是竖管垂直取向而排气装置水平取向，这就形成从进口到出口的非线性通路，使得气体逸散而液体不流出竖管。参考图7g或图8，这种排气装置的结构也适用于酯化工艺，对管道长度136和145进行调节，直到从部件144(或图7g中的进口34)到部件137不可能有直通路。因此，在进口34和35之间不存在直通路。这种非线性导致蒸汽中全部或大部分液滴撞击排气导管的一部分表面。因此，图7a-7f示出六种不同的蒸汽分离结构，图7d、7e和7f的实施方案是最优选的，因为它们没有可能存在有害于排出操作的低点。在图7a-7f的各实施方案中，图7g的实施方案气体/蒸汽进口34与图7a-7f的排气三通36的出口33保持流体连通，从而蒸汽首先通过图7g的垂直段，然后通过对角段，之后通过水平段，并从出口35排出。

也希望在脱气竖管内包括流量控制装置以控制通过那里的流体的流动。流量控制装置可以是，例如，孔板；节流阀；节气阀；控制阀；手动阀；缩径管段；出口压力控制；喷嘴；和/或通过塔头液的气泡。

流量控制装置优选使得在管式反应器中该距离上所形成蒸汽的大约百分之九十通过而残余的百分之十保留在液体中。这一大约九十/十的百分比保证液体不会通过气体管线并保留大约百分之十的气体用于管式反应器中的混合。除去气体的量不能接近作为最大值的百分之百，这是因为液体会伴随气体流入竖管。

脱气立管的排气端通常与蒸汽流向或被其抽空的蒸馏系统保持流体连通。也可以将蒸汽排放到大气中。当排气端与蒸馏装置保持连通时，可以控制脱气立管排气端的压力，而在排入大气的时候，排气端将处于大气压下。

本领域技术人员会理解，蒸汽分离的效率可以通过增加邻近并在排气装置之前的管式反应器的内径以使液体表面积达到最大并使管径一半表面处的蒸汽速度减到最低而得以改善。如果在邻近分离处管道中速率过高，则管径可以如，例如图7d所示扩展。在一些实施方案中，扩展段优选具有偏心平底의渐缩管以保持反应器中形成气阱。这些气阱会降低反应面积，因此降低生产能力，而且无法在工艺过程中很

容易地排出。示于图7d和7f的结构不捕获液体并使得液体在装置停工时可以完全排出。排气装置与它所连接的管线相比，直径可以相同、更小或更大。在一个方面，排气管是至少一个与正在排气的管道相比更大的标准管径，在另一个方面，其管径是正在排空管道尺寸的二倍。

5 因为本发明设计中管式反应器典型的最佳管道尺寸一般是可得到的最大管道尺寸，因此得到比正在排空的管道更大的排气管是不现实的，可以用用来降低速率的多个排气管作为图7f所示的替代设计方案。

如果需要或希望另外的表面积，可以在相同的高度安装支管，其中所述支管彼此平行而且全部包括排气装置(参见，例如，图7f)。这一系列平行管和排气装置提供用于从反应物和单体中分离气体的额外的面积。

10

本领域技术人员会理解，在管式反应器内维持反应不需要脱气，但是气体的脱除会通过除去限定物种而提高反应速率。脱气也会降低截面含汽量，使最终的反应器体积更小。

15 本领域技术人员会进一步理解，在管式反应器的进口和出口之间可以使用多个排气装置。例如，在一个实施方案中，酯化或缩聚反应器具有至少第一段和第二段两个段，其中缩聚反应器中压力降低，降低步骤包括至少将两个脱气装置引入缩聚反应器从而缩聚流体在从缩聚反应器的第一段流到第二段的时候，在内表面内穿越的缩聚流体也

20 顺序地分别流过两个脱气装置，而且其中这两个脱气装置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和第二段维持在彼此不同的压力下。在另一个实施方案中，酯化或缩聚管式反应器包括顶段、中段、和底段，而且三个段各自包括至少一个排气装置。在一个特定的方面中，缩聚反应器包括顶段、中段、和

25 底段，而且压力在缩聚反应器中降低，降低步骤包括将至少三个脱气装置引入到缩聚反应器中，从而缩聚流体在从缩聚反应器第一段流到第二段时，在其内表面之内穿越的缩聚流体也顺序地分别流过这三个脱气装置，而且其中这三个脱气装置分别位于缩聚反应器的顶段、中段、和底段。缩聚反应器的顶、中、和底段可以维持在彼此不同的压

30 力下。另一个设计考虑是，如上所述，包括管式反应器中的多个弯管，这可以有助于从反应物和单体中除去蒸汽。更具体地说，管式反应器可以包括位于排气装置上游的第一弯管和位于排气装置下游的第二弯

管。

### 向管式反应器中加入反应物

反应物的加料上文已经谈到，即用泵将反应物流体加入到管式反应器中。本节讨论将反应物加入到管式反应器中的其他方法，包括使用浆料罐、混合罐、选择性的供料系统、和再循环回路。

本领域技术人员将会理解，对于每一种方法来说，可以如下文所讨论来加入反应物，反应物可以在标准转移条件下或，或者且优选，反应物可以在进入反应器之前预加热，从而避免出现冷的不良混合区域。本领域技术人员还会理解，在进口上游或下游位置将冷反应物加入到管式反应器中可能是有益的或必需的。

在一些实施方案中，用于向管式反应器中加料的外部反应物管线优选自顶向下进料到反应器中，其中进入位置可以在本发明所述的任何位置或由本领域技术人员选择。反应物管线应该配有夹套且该位置以及反应物进料点的温度超过反应器内容物的熔点。这样的设计使反应物管线在流量停止时、和(1)控制阀不密封以及(2)止回阀不完全关闭时不会出现堵塞，后两者在先有聚酯装置技术中都是常见的。

### 泵送流体反应物

如上文更详尽讨论的那样，液体形式的反应物(即，EG和DMT)的加料是最容易的，因为反应物可以被直接泵入管式反应器进口或进口上游或下游的另一个位置。泵在邻近管式反应器进口处以高于大气压的压力排放反应物。反应物可以独立地泵送或者事先混合然后一同泵送。

### 使用浆料罐注入固体物质

酯化反应器的主要目的是将反应器中的酸完全反应或转化为单体和低聚物。为维持该目的，固体酸，如对苯二甲酸，必须保留在反应器中直到溶解。常常使用浆料罐来帮助混合和共混，美国专利3,644,483公开了这种浆料加料的使用。如果希望浆料罐，任何固体的浆料均可以注入到管式反应器的进口或沿管式反应器通路的任何位置，其中或者有或者没有如下所述的再循环回路。

### 混合和进料罐系统

参考图15A, 混合罐41中充满待加料的液体。将适当的液体溶解或用选定的固体浆化。适当的液体包括EG、甲醇、CHDM等。本节将用乙二醇作为例子。EG或者被加热或者被冷却至适当的温度, 这取决于添加剂5和EG的加料温度, 后者是环境条件和预调条件的函数。换热器46、混合罐夹套、或内部盘管等, 在混合物用泵43(在使用混合罐夹套或内部盘管的时候是不需要的, 但是可用于增强换热和传质)再循环时, 用于通过用温度控制器45而对其进行加热和冷却。通常为换热器提供蒸汽47和水48, 但是可以使用任何适当的加热和冷却介质或装置。添加剂10用搅拌器44、泵43或两者同时操作进行加料以使固体悬浮, 直到它们溶入EG中。监测罐42中的液位以控制EG的加料并告知在罐空的时候加入下一个混合物。混合物用泵43从混合物罐41泵送到进料罐51中, 并通过三通阀60或一对二通控制阀(未示出)。

进料罐51的液位49通过从混合物罐41加入混合物来控制。当混合物罐41空时, 进行下一个混合, 同时进料罐51的剩余量继续向工艺中15进料。泵52和53向集管59给料以便向用于控制添加剂流入该工艺的供料系统57和58提供混合物。进料罐的温度通过温度控制器54利用蒸汽55和水56或任何适当的温度控制介质或装置控制。搅拌器50用于维持进料罐中均匀的混合。

20 泵52和53的安装可以直接向聚合物管线进料而不使用集管59。如果需要的话, 每根管线可以备用至少一个泵。

备选系统的工作如下图15B所示。EG被加料至无夹套管道72中, 其在该系统中起罐的作用。管道72垂直地安置在装置中, 位于未使用的空间中或连接到墙壁外面。管道72可以具有水平的部件以便于安装或25增加体积, 但是安装不允许截留下待溶解的固体。在通过液位75监测到适当量的EG加入到管道72中之后, 循环泵74被激活。混合系统的温度用温度控制器77利用蒸汽78和水76或任何适当的温度控制介质或装置控制, 并且在这种情况下使用套管73。加入添加剂且泵74连续循环以在管道73中悬浮所述固体直到固体溶解。当固体被溶解时, 把阀6030切换到将流入进料罐82的方向。

进料罐82应该具有适当的体积以允许进行混合和倾卸以及在第一混合有差错情况下进行第二混合。在一个方面, 罐82进口正好在底盘

焊线上方。进料罐82的溢出口优选在罐的罐头焊线之间95%长度处。来自泵74的混合物通过阀60被导入进料罐82中并通过管道71将罐82的溢出物返回混合物系统的管道72中。混合物经由泵74流动同时通过混合物系统和进料罐同时为这两个系统提供混合和温度控制，使得罐82中不再需要温度控制、液面控制、和混合(搅拌)。混合物通过集管59和系统57及58被加入到装置中。在一个方面，因为罐82被有计划地放置在可以向添加剂系统提供水头压力的高度上，因此不需要泵。待混合物通过站57和58(示出两个站，但是可以使用1至很大的数)被消耗时，管道72中的液位将下降。当管道72中的液位低得使泵74开始抽空的时候，将阀60转换至向物流自管道73返回管道72而不通过罐82的方向。此时，罐82中的液位将开始降低。将通过如上所述的向管道72中加入EG而开始在混合系统中进行新的混合。在罐82变空之前进行新的混合并通过阀60转向进入罐82中。

混合罐的泵74位于建筑物的下一层。混合罐管道放置在屋顶墙壁外面(或内部，如果空间允许的话)，进料罐82也放置在那里。离开循环泵74的管道73，为了加热或冷却可以带有夹套。回到管道72的回管，如果需要或希望的话，也可以带有夹套。混合罐管道73的顶部有一个三通阀60通向进料罐82。进料罐82有返回混合罐72的溢流管线71。在下一批次的混合正在进行的时候，进料罐82在溢流阀和向装置进料的进料罐底部之间有充分的停留时间。因此，并且当下一批次正在进行时，将三通阀60切换使得流体不流过进料罐82。该结构消除了进料罐82中所有的搅拌器和液面控制。因为进料罐位于屋顶上，因此，添加剂流动压力源自于高度差。流量通过流量计和站57及58内的控制阀进行控制。该结构还降低了设备需要的容积。

对于典型的通过两个进料站各自消耗1001bs/小时的系统来说，管道72可以是长度为72英尺的14英寸10号管道。泵可以是50加仑每分而管道72直径可以是3或4英寸。此时，罐82会保持75 ft<sup>3</sup>且大致尺寸为直径和高度3.5英尺。

因此，本发明所述流体混合和分配系统包括一个第一细长的且垂直配置的流体贮存容器；与第一容器保持流体连通的第二流体贮存和分配容器，所述第二容器配置在垂直高度较第一容器更高的位置上；与第一容器和第二容器保持流体连通的循环泵，该循环泵的构造和安

装将使流体流过该系统并从第一容器循环进入第二容器以及从第一容器循环到第一容器；和分别与循环泵、第一容器以及第二容器保持流体连通的控制阀。所述控制阀的构造和安装将选择性地将流体从第一容器导入第二容器，以及从第一容器导入第一容器。所述第二容器与  
5 本装置工艺分配系统保持流体连通。由第二容器内盛放的流体生成的静压头用于使流体从第二容器流到本装置工艺分配系统。

因此，本发明一个方面是，第一容器还包括液位检测器，液位检测器的构造和安装使得在第一容器内检测到预定液位时激活控制阀。在另一个方面中，两个容器或者其中一个被隔离。在另外一个方面中，  
10 第一容器的温度受到控制，来自第一容器的液流用于控制第二容器的温度。温度控制器还包括向第一容器内的流体中选择性地加入水蒸汽和水以依照要求提高和降低其温度的装置。在另一个方面中，第二容器还包括与控制阀保持流体连通的流体进口从而流体通过进口并进入第二容器，和与第一容器保持流体连通的空間上垂直地高于进口的流  
15 体出口从而使第二容器内盛放的任何过量的流体从其中溢出进入第一容器。在又一个方面中，通过本系统的液流通过控制阀被从第一容器导回第一容器直到在第一容器内的流体已经混合到预定标准时，且在那里混合液流被通过控制阀选择性地从第一容器导入第二容器。

本系统一个替代的实施方案包括第一流体贮存容器；第二流体混合和储存容器；与第一容器和第二容器保持流体连通的循环泵，循环  
20 泵的构造和安装使流体流过该系统并从第一容器循环进入第二容器；配置在垂直高度较第一容器和装置工艺分配系统都高的位置上的第二容器；和分别与循环泵、第一容器和第二容器保持流体连通的控制阀，该控制阀的构造和安装用以选择性地将流体从第一容器导回第一容器  
25 以及从第一容器进入第二容器；第二容器与本装置工艺分配系统保持流体连通，并且，由第二容器内盛放的流体所形成的静压头用以使流体从第二容器流入装置工艺分配系统。

在流体混合和分配系统内混合并分配流体的方法包括将至少一种流体放入第一细长的且垂直配置的流体贮存容器里；使该流体从第一  
30 容器流入第二细长且垂直配置的流体混合和储存容器里，第二流体容器配置在垂直高度较第一容器和装置工艺分配系统都更高的位置上，上述操作使用与第一容器和第二容器保持流体连通的循环泵，循环泵

的构造和安装使流体流过该系统；使用与循环泵、第一容器和第二容器保持流体连通的控制阀，选择性地将流体从第一容器导入第一容器和第二容器的任何一个；并选择性地将流体从第二容器通入装置工艺分配系统，第二容器形成静压头以使贮藏于其中的流体流入装置工艺分配系统。

5 本方法另外的方面包括向在第一容器内的至少一种流体中添加至少一种固体或一种第二液体并在其中将该组合混合；将该流体循环通过第一容器直到其中的物质彼此混合；只要其中物质已经彼此混合就将该流体从第一容器通入第二容器；控制第一容器内流体的温度；通过选择性地添加水蒸汽且水以依照要求提高和降低其温度从而控制第一容器内流体的温度；用液位检测器测定第一容器内的液位；在第一容器内检测到预定液位时液位检测器会激活控制阀；将任何来自第二容器的溢出流体返回第一容器。

#### 15 使用再循环注入反应物

本发明还任选地包括对流过管式反应器的反应物和单体的一部分进行再循环的装置。如上所述，酯交换管式反应器上可以用再循环或循环回路代替酸性浆料混合罐或混合罐。

在所示优选实施方案中，再循环装置包括具有一个流入液和一个排出流的再循环回路。流入液与管式反应器在酯化或缩聚工艺的任一点保持流体连通，包括但不限于，邻近酯化反应器进口处，邻近酯化反应器出口处，酯化反应器进口和出口之间的一点，邻近预聚合反应器的进口处，邻近预聚合反应器出口处，预聚合反应器进口和出口之间的一点，邻近缩聚反应器的进口或出口处，以及缩聚反应器进口和出口之间的一点，而排出流独立地沿着酯化或缩聚工艺在任一点与管式反应器保持流体连通，包括但不限于，邻近酯化反应器进口处，邻近酯化反应器出口处，酯化反应器进口和出口之间的一点，邻近预聚合反应器的进口处，邻近预聚合反应器出口处，预聚合反应器进口和出口之间的一点，邻近缩聚反应器的进口或出口处，以及缩聚反应器进口和出口之间的一点。在一个方面，排出流与酯化管式反应器在邻近或接近其进口处，邻近或接近其出口处，或在酯化反应器进口和出口之间的一点保持流体连通。在一个方面，来自再循环的排出流在紧

邻酯化反应器进口处被导入酯化反应器，在另一个方面，排出流与反应器在接近其进口处保持流体连通，在另一个方面，排出流在反应器进口和出口之间与其保持流体连通，在另一个方面，来自再循环的排出流在酯化反应器进口上游处被导入酯化反应器，在另一个方面，流入液在酯化反应器进口和出口之间与其保持流体连通，在另一个方面，流入液与酯化反应器在紧邻其出口处保持流体连通，在另一个方面，流入液与第二反应器保持流体连通，其中第二反应器在酯化反应器下游，在另一个方面，去往再循环的流入液与缩聚反应器保持流体连通，在另一个方面，去往再循环的流入液在紧邻缩聚反应器出口处与其保持流体连通，在另一个方面，再循环步骤用具有流入液和排出流的再循环回路进行，流出流与管式反应器在紧临其进口处保持流体连通，其中流过再循环回路的液流各自是再循环流体，在另一个方面，流入液在管式反应器进口和出口之间或邻近其出口处与其保持流体连通。在该讨论中，反应物和单体以及任何其他流过再循环回路的流体，如低聚物和聚合物被称为"再循环流体"。

如在另一个实施方案中说明的，单体可以从缩聚反应器提供给再循环回路，下文将进行讨论。因此，在该实施方案中，再循环回路的进料不是来自(或不仅仅来自)再循环回路的排出流排放入其中的酯化管式反应器。

在本发明某些实施方案中，示于图13a和13b，再循环回路91包括安置在流入液93和排出流94之间的循环泵92，用于提高流过其的再循环液流的压力。循环泵92优选是同轴离心泵，其安置在流入液垂直下方以得到适当的汽蚀余量("NPSH")。这是因为再循环流体，如下文对于蒸汽去除装置更详细讨论的，处于或接近大气压及溶液沸点下。其他泵可以替代使用，但是基于泵特性希望是离心泵。

一旦再循环流体通过流入液及用以增加压力的循环泵，可能希望，至少暂时，在循环泵下游降低再循环流体的压力，降低压力的优点是使其他物质，如一种或多种反应物，可以被吸入再循环回路。压力优选用降压装置，如喷射嘴95降低，至少一部分再循环液流通过该喷射嘴。喷射嘴在其喉部产生轻微的真​​空，或亚大气压。本领域技术人员还将会理解，喷射嘴95可以与虹吸管；抽风机；文丘里喷嘴；喷嘴；和/或喷射泵或其他类似的降压装置互换使用。

为向再循环回路进料或提供反应物，使用具有在接近喷射嘴处与回流管道保持流体连通的排放端的输送管道96。待进料反应物通过喷射嘴产生的再循环流体降低的压力被吸入回流管道。输送管道还包括接收端，与排放端相对。喷射嘴喉部的真空使蒸汽无法向上进入待移入生产线的固体中。蒸汽会冷凝在固体上而混合物会很粘并堵塞系统。喷射嘴扩张区会强烈混合并分离反应物，如PTA，从而反应物不会在酯化导管中结块。固体反应物能将气体随它一同拖入反应器里。该气体可以通过喷射嘴之后的另一个蒸汽分离系统除去。或者，反应器系统的液体进料可以被注入固体喂料斗。液体将会代替气体于是惰性组分不会进入喷射嘴。

加料系统用于计量并选择性地将固体反应物或其他成分，如改性剂、催化剂、等等进料入再循环回路里。供料系统的一个实施方案示于图13a和13b加料系统的第一部件是固体反应物存储装置97，如筒仓，集尘器，或用于贮藏待注入再循环回路的固体反应物的布袋收尘室。可以将液体添加至固体反应器和存储装置中以降低或消除随固体被夹带的气体。如果使用集尘器，则在大规模的装运装置可以以重量计量固体而装运容器起到库存量装置的作用。另外，筒仓可以作为称重系统和短期库存量。如果固体原材料从装置外运送，则不需要输送系统。固体计量装置98，如回转式气塞、活塞和阀(加料斗)、双联阀、斗式输送机、泄料桶、等，位于固体反应物存储装置97的底部用于从固体反应物存储装置97接收反应物。加料系统的下一个部件是减重送料器(或定体积给料器)99，其与固体计量装置98相联，与输送管道96的接收端相联，并介于96和98之间。因此，反应物被从固体反应物存储装置97注入再循环回路，至固体计量装置98，进入减重送料器99，然后通过输送管道96被吸入再循环回路，吸入点接近喷射嘴95或直接进入喷射嘴95。减重送料器99也可以位于固体反应物存储装置97上或安置在97上游并向97进料的进料罐(未示出)上。还应理解，在接近减压装置，如喷射嘴处添加固体化学成分可以将固体化学成分直接添加到已发现的给定化学生产工艺中的任何反应流体中。例如，在使用喷射嘴作为降低再循环流体压力的装置的实施方案中，喷射嘴喉部的真空将使蒸汽不能升起到将被引入生产线的固体中。在本发明之前，蒸汽会冷凝在固体上而混合物会变得非常粘，由此导致整个系统阻塞。

但是, 根据本发明, 喷射嘴扩张或发散区提供非常强烈的混合并保持固体组分, 如对苯二酸的充分分离, 这样, 它们就不会在各个反应器区中结块。所以, 普通技术人员会理解对于最好的结果, 优选固体组分直接进入减压装置, 如喷射嘴, 进入点在减压装置的发散或扩张区内的任一点。

本加料系统可以注入一种以上的固体反应物。同样, 可以并行或串行操作多个加料系统。在一个特定的实施方案中, 聚合物可由多种固体制备而这些固体可以通过串联或并联的各自的降压装置独立地注入, 或所有聚合物固体可以计量进入一个喂料斗进入一个降压装置。用于进入固体反应器的固态聚合物也可以一同计量至装置97。这样, 该系统由于重力流可以消除对压缩机及运送系统的需要。

在一个方面, 固体反应物存储装置可以在称重室上以完成减重送料器的功能。同样, 代替称重室作为失重送料器的可以是使用带式进料, 称重刻度加料斗, 容量螺杆, 质量流量加料斗, 科里奥利流量计, 加料斗或减重装料斗, 等等。

在添加入再循环回路里的反应物流向再循环回路的排出口时, 反应物和另一种再循环流体在接近或邻近进口100处再进入管式反应器101。由此, 向再循环回路中添加反应物从而反应物从接近进口处出发并横越到出口端的过程完成了向管式反应器的进口添加至少一种反应物的功能, 这是本发明工艺的起始步骤之一。将固体反应物通过加料系统注入再循环回路是有益的, 这样固体反应物就会在流向再循环回路排出口之前被再循环流体, 特别是单体或低聚物溶解。

还关注将另外的流体反应物添加入再循环回路里。加入反应物流体可以促进固体反应物在到达再循环回路排出口之前溶入再循环流体中, 或为方便起见, 使在管式反应器进口处不需要独立地添加另外的反应物。

反应物流体优选在喷射嘴上游添加入再循环回路里(在固体反应物添加点之前), 尽管流体反应物也能在喷射嘴下游加入。还关注通过循环泵92封接件将反应物流体加入到再循环回路里。反应物也可以在循环泵92的上游添加。如果固体反应物通过供料系统添加且反应物流体还加入到再循环回路里, 则该过程将导致至少两种反应物在邻近其进口处加入管式反应器里, 对于这一进口, 再循环回路的排出物也向

其进料。

固体反应物物质的溶解可以通过提高温度，和通过改变再循环系统中聚酯单体与固体反应物的比例，改变进料摩尔数比，和/或改变系统压力得到提高。

- 5 取一个特定的例子，通过加料系统注入到再循环回路中的一种反应物可以是PTA，它在室温下是固体。再循环设计避免了浆料罐的使用及其固有的问题。反应物流体可以是，例如，乙二醇。由此，如果EG和PTA是仅有的加入用来形成单体的反应物，则排出物可以直接注入管式反应器的进口中作为仅有的加入管式反应器的反应物源。当然，也
- 10 关注该设计的变型，如除了从再循环回路在邻近管式反应器进口处添加的EG和PTA之外，将额外的EG反应物泵送入管式反应器的进口里。在一个独立的方面中，二醇，如EG，可以通过回流管道注入，注入点在再循环回路泵之前或之后，或在PTA进料至回流管道的进料管道之前或之后，或与PTA进料一起在降压装置的上游但是靠近降压装置处。

- 15 在图13a中，示出一个实施方案，其中酯化工艺末尾的排出物经三通106排出且一部分排出物被送到再循环回路。在一个独立的实施方案中，如图13b所示，三通106在完全酯化工艺管式反应器101和102之间，从而用于再循环回路的流入液不是来自酯化工艺的末端，而是来自酯化工艺的中间点。在图13a和13b中，来自酯化工艺的最终流出物在管
- 20 线103(在管线104上蒸汽分离之后)。

在另一个实施方案中，再循环回路的排出物位于管式反应器进口的下游。如果进入再循环回路流入口的单体或由于在进料口加料而产生的料浆需要比排出物直接进料入管式反应器进口更短的停留时间，则优选该实施方案。

- 25 在各个实施方案中，再循环回路的流入液或者来自于酯化工艺或者缩聚工艺。特别是，在各个方面，再循环回路的流入液可以来自酯化反应器中间某点(如图13b所示)，酯化反应器末尾(如图13a所示)，来自预聚合物反应器出口的产物，来自最后一个缩聚反应器出口的产品，或从酯化工艺开始到来自缩聚工艺出口的最终产物的任一点。由
- 30 此，再循环流体在各个方面中包括反应物，聚酯单体，聚酯低聚物，和/或聚酯聚合物，这取决于再循环回路的流出液源于何处。再循环系统不局限于使用一个再循环回路，而是选择性地包括两个或多个串

联、平行、或其组合配置的再循环回路。

同时关注这样的再循环回路，它包括上述对于管式反应器讨论的其他特点，如用于再循环回路的加热设备和蒸汽除去装置，这可以是如上所述相同的部件和设备并包含相同的特点和实施方案。如果如图13a所示单体从接近管式反应器出口处移走，则蒸汽除去装置不必加入到再循环回路中。要不然，液体高度上升或降低直到压力接近大气压且蒸汽被移至蒸馏装置中。

所谓蒸汽除去意思指特别是，在一个再循环回路实施方案中，设计与上述例如如图7a-g所示管式反应器相似。同样，尽管不需要，但优选排气装置位于邻近再循环回路流入口处，从而蒸汽在反应物添加之前被除去，且这样的设计示于图13a和13b中，在图13a的104以及图13b的105处。

值得注意的是，尽管基于以上的讨论再循环回路的优点对本领域技术人员来说是显而易见的，在本发明的范围之内对于管式反应器包括再循环回路不是必需的。作为替代，可以使用最初讨论的部件，如对于反应物流体的泵以及对于固体反应物的浆料混合罐。但是使用再循环回路的实施方案，允许设计者可以用泵和降压装置，如喷射嘴替代浆料混合罐、泵、仪表设备、搅拌器、等等。

本领域技术人员还会理解，再循环回路对于注入固体反应物是最有益的，而且若仅仅加入流体反应物(例如，由DMT和EG形成PET单体)是不太有益的。使用再循环回路溶解固体反应物降低了固体在系统中造成的磨擦。例如，固体PTA可以在再循环回路中被单体溶解，而不是使用传统的浆料罐。在传统的浆料罐工艺中，固态PTA被送到工艺中并以不溶的状态残留磨蚀性的组分。事实上，仅仅加工流体反应物的管式反应器可能不会受益于包含了再循环回路的额外的复杂性。但是，再循环回路可以提高向酯化工艺的传热。

## 堰

在酯化管式反应器顶部可以包含控制液位的装置。在一个实施方案中，至少一个堰被连接到酯化管式反应器的内表面上且其中酯化流体流过所述堰。如图4所示，希望的控制装置是堰110。该堰优选配置在邻近管式反应器出口处。

堰具有被边缘限定的主体部分。边缘的一部分称为连接边缘而边缘的其余部分是顶部边缘。连接边缘的大小要被管式反应器内表面的一部分充分接收并连接到管式反应器内表面上。由此，因为在优选实施方案中内表面横截面是圆形的，连接边缘也是圆形的以充分地接触并接合到内表面上。

仍然参考图4，所示反应物和/或单体从点111流出并在点112处流过堰。堰对于反应物和/或单体起遮挡作用从而使流体物质流过堰的顶部边缘。由此，堰控制液体深度以及流体粘度、流速、和堰之前管道的长度。在流过堰之后，流体在113处流出管式反应器的出口。堰，如下所述，在其中或其底部还可具有开口以提供流动均匀性以及完全排空。这将会包含具有顶部倾斜的堰，堰中的V形缺口，等等。堰优选位于距离管式反应器出口五到十个管径处。在一个方面，通过溢出堰的顶部，堰可以补偿更高和更低的流量及粘度。

在备选实施方案中，液面可以通过本领域已知的任何液面控制器控制，如，但不限于，控制阀，料封管，液位装置如使用差压、辐射、超声波、电容、或观察镜的那些。其他液位装置的特定例子可以参考Perry's Chemical Engineer's Handbook, 第7版, 8-49页，其引入于此作为参考。

## 20 添加剂

本发明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进口及出口之间导入其中的装置。这样的添加剂如上所述并包括，但不限于一种或多种催化剂，色素，调色剂，颜料，炭黑，玻璃纤维，填充剂，冲击改性剂，抗氧化剂，稳定剂，阻燃剂，再加热助剂，乙醛分解化合物，氧清除化合物，紫外吸收化合物，遮挡改善添加剂，如薄片颗粒，黑色氧化铁，共聚单体，及其混合物，等。添加剂可以是固体，液体，或气体。添加剂可以在进入本系统之前预加热，包括相变，例如将EG液体加热至蒸汽态以向反应器提供热量。

在示于图12a和12b的优选实施方案中，导入装置包括可密封的通道，由图12a和12b中任何箭头表示，其通过管式反应器使得在其外表面及其内表面之间保持流体连通，以及用于将添加剂注入在管式反应器内的物料流(即，反应物和/或单体)中的喷射泵。喷射泵可以包括泵

或其他装置例如预压的、倾斜的、或重力驱动的注入，其将添加剂注入管式反应器内部，这必须在压力高于管式反应器内物质在可密封通道位置处的压力下进行。

术语"可密封的通道"的意思指，包含任何允许从管式反应器外部向内部连通的开口。优选"可密封的通道"能够封闭从而在添加剂不注入到管式反应器内的时候，反应物和/或单体不泄漏出管式反应器。可密封的通道可以通过堵头等"密封"，而且喷射泵不容许从管式反应器向外渗漏。

添加剂可以在沿着管式反应器任何部分的任一点导入或注入，如图12a和12b所示。添加点适合的例子包括横穿过管式反应器顶部、侧面、或水平方向段的底部一部分进入料封管并在换热器之前的可密封的通道，各弯管顶部、侧面、或底部的弯管。如图12b所示，注入弯管里是有益的，因为可以在管式反应器之内得到最大混合并把添加剂快速引入到反应物和/或单体中而不在管式反应器中出现高浓度涡流。

注入装置的另一个方面包括在喷射泵排放或出口的喷咀。喷咀可以在管式反应器内可密封的通道的位置上直接流通。例如，喷咀可以以相对于管式反应器内该位置处流动的反应物和/或单体并流、逆流、或垂直的方向注入添加剂。

回到酯化管式反应器的设计，管道的垂直高度，管径，管道总长，以及进口和出口处的压力可以根据待制备产物、装置的生产能力、和操作条件广泛地变化。普通技术人员可以使用基本的工程设计原理结合本发明中的公开容易地确定这些参数。

### 缩聚步骤

对于本节下文的讨论，"酯化步骤"，除非具体有相反说明，本节下文讨论的本发明工艺和设备同等地适用于，并可用于，酯化工艺和设备。

如上文"概述"部分所述，本发明工艺的第二步骤是缩聚步骤，在一个实施方案中其在缩聚管式反应器中进行。缩聚步骤包括单体反应形成低聚物然后成为聚酯聚合物。单体可以如上所述，从第一步骤提供到酯化反应器中，或来自先有技术工艺。或者，如果低聚物基本上在第一预聚合物步骤中形成，则低聚物直接反应形成聚合物。

在特定的实施方案中，如果形成PET聚合物，则该PET单体被送到缩聚管式反应器中。PET单体在缩聚管式反应器中反应形成PET低聚物，然后优选在同一个缩聚管式反应器内进一步反应形成PET聚合物。用于本文时对于PET，单体链长小于3，低聚物链长从约7至约50(链长4到6单元组分可以认为是单体或低聚物)，而聚合物链长高于约50。二聚物，例如，EG-TA-EG-TA-EG，链长为2，三聚物的链长为3，依此类推。由此，本发明的缩聚管式反应器可以同时充当预聚合物反应器以及后缩聚反应器，这些术语如同它们用于现有技术中那样且定义如上文。

图4示出横穿过堰，用于液面控制，并进入本发明第二步骤的缩聚反应器的管式反应器排出物。同样参考图4和6，本领域技术人员会理解，酯化或酯交换反应器和缩聚反应器之间的限压装置(例如，但不限于阀，孔板，等等)可以使用但是不是必需的。

在一个实施方案中，在酯化/酯交换反应器和缩聚反应器之间使用料封管。料封管也可以用于某些或所有缩聚段之间。如上对于用于缩聚工艺的酯化工艺所述，换热器可以放置在紧邻或靠近，或甚至在料封管之内，从而向酯化和缩聚之间或缩聚段或区之间的流体传热。

料封管静止的等效物是气压计。反应器两个区之间的压力降用在‘U’形管道内的流体来保持。压力差将相当于流体高度乘以低压侧密度减去流体高度乘以高压侧密度的值。本领域技术人员会发现，如果高度差不足够大，区间的压差会推动流体流出料封管，且两个区都会呈现平衡压力。这可能需要料封管在具有高压差的区域之间的高度非常大。另外，低压侧料封管一侧通常会在减压下沸腾，因此低压侧的密度将由于蒸汽的截面含汽量而降低。

幸运的是，料封管是其中流体流过料封管的动态的气压装置。该液流伴随有压力下降而且可用于提高低压侧的压降。通过向料封管的低压支管添加流路限制，例如孔板，阀，或小直径导管，低压侧每单位高度上的压降会提高。如果在热量传输入料封管内之前插入节流，则流体将不会成为两相而且密度将会更大。使用该方法来增加低压料封管的压降会降低料封管的总高度。

本发明包括提供具有第一末端，第二末端，和定义内径的内表面的缩聚管式反应器。第一末端可以垂直配置在第二末端上方，从而重

力推动单体和形成的任何低聚物和聚合物从第一末端移向第二末端。

如图2所示，缩聚反应器前视平面图可以是蛇形线(但是流动是在同酯化管式反应器相比相对的方向，即，对于缩聚工艺来说，流入口在11而排出口在12)。但是，如同酯化管式反应器的情况一样，除了蛇形线设计之外，也关注其他分布，例如上文针对酯化管式反应器所述的设计。同样优选包括多个弯管，各弯管改变缩聚反应器之中液流的方向。用于形成缩聚反应器的材料也可以与用于形成酯化管式反应器的材料相同。

由此，优选呈液体形式的单体被导入缩聚反应器的第一末端，从而单体向下流动穿过缩聚反应器。单体在缩聚反应器内反应形成低聚物然后形成成品聚合物，从而聚合物从其第二末端流出。如本领域技术人员所理解，在本发明范围内，不是所有单体和/或低聚物都必须反应。流过缩聚反应器的单体、低聚物、和/或聚酯聚合物称为缩聚流体。

同样优选缩聚反应器在第一末端和第二末端之间是非线性的以改善单体的传质/混合并形成低聚物和聚合物。通常且如下文讨论，缩聚传质通过在低聚物(低分子量聚合物)表面上的传质和通过聚合物内部放出的气体的发泡作用完成。该气体由壁面热量和聚合物内部的反应放出。当液体在反应器的各部分中通过任选的堰落下时，传质会进一步得到提高。如果聚合物的物理参数允许，那么反应器构造中可以不带缩聚反应器堰。

缩聚反应器可以作为多个邻接互连的段形成，其中单体、低聚物和/或聚合物流过各段内表面，从第一末端横穿到缩聚反应器第二末端。反应器接近的段优选彼此形成非线性的角度。

缩聚反应器优选与垂直取向的平面形成一个角度，其中该角度大于零度。换句话说，各段不平行于垂直取向的基准面而且，因此，不是垂直地取向。更具体地说，各段和垂直取向的平面形成介于约1(几乎垂直地取向)和90度(水平取向)之间的角度。优选的角度从水平(90度)发展到与垂直呈约26度；但是，本领域技术人员会理解，优选角度基于缩聚反应器内的粘度和线性速率(流速)。优选，各段相互之间可以具有不同的角度，优选初始段具有水平的或近水平的角度，而随缩聚反应进展及流体粘度增加，角度增加以提供垂直提高的溢出以便于流体穿过缩聚管式反应器传输。

在一个方面，缩聚反应器在顶端具有小斜率(更水平的)，因为流体具有低粘度，而底端具有大斜率(更竖直的)因为流体具有高粘度。倾斜可以根据参数如流体粘度和密度来变化以获得最佳效果。在另一个方面，对于水平配置的缩聚反应器不使用斜率。

5 在一个方面，缩聚反应器具有大体横向取向而不是纵向取向。横向取向可以包括一定程度的垂直高度以允许缩聚流体以向下的方式贯穿系统通过重力自流。在各个方面，对于水平的配置，管式反应器长度可以至少为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。在其他方面，  
10 长度为从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。长度上限仅仅受限于生产设备水平方向可用空间的实际量。在一个实施方案中，使用至少约60英尺的管式反应器，因为市售最大长度标准管道大约为60英尺。本发明中管式反应器甚至可以是数百英尺长或更长。

15 在一个方面，缩聚管式反应器内表面的横截面是圆形，正方形或矩形，优选圆形，从而形成内径。

为了有助于传质/混合，本发明进一步地包括加热流过缩聚反应器的低聚物和聚合物的装置。优选的加热设备同第一步骤中对于酯化管式反应器所讨论的，即传热介质与缩聚反应器的一部分外表面沿着至少一部分缩聚反应器在其第一和第二末端之间保持热连通，或与夹套  
20 或无夹套的管道串联的换热器保持流体连通。在优选实施方案中，传热介质与上述相同。在一个方面，可以使用热交换，优选在缩聚区之间使用。在一个特定的实施方案中，换热器与料封管结合使用，如通过在用于分隔各区的料封管紧邻、接近处或在料封管之内提供换热器。  
25 器。

同样与上述酯化管式反应器相似，在一个方面，本发明缩聚反应器进一步包括至少一个连接到其内表面的堰。缩聚液流通过该堰。该堰对于单体/低聚物/聚合物起阻挡作用从而物料在从缩聚反应器第一末端流到第二末端时从堰的上缘流过。堰的设计和/或配置可以与如上  
30 所述酯化部分中相同。在一个方面，在缩聚反应器各区之间使用堰，在另一个方面中，在缩聚反应器的一部分区之间而不是所有区使用堰。

堰控制着反应器各管道液面的液位。这些堰可以象半圆形一样简单或包括附加的复杂度。在一个方面，通过溢出堰的顶部，堰可以补偿更高和更低的流量及粘度。在一个方面，缩聚管式反应器的设计允许整合任何堰的设计以补偿这些因素。同样关注在各堰主体部分上包括至少一个开口从而单体/低聚物/聚合物流过该开口，同时在流过堰时从其顶部边缘流过。这些在堰中的开口或孔改善了流动并减少滞流区。在又一个实施方案中，堰主体部分的一部分可以分离移动以允许流体通过堰的那部分而不是流过堰。例如，该部分可以是堰中的"V"切口或"V形槽"。各堰当中从管道内部到管道中心的"V形槽"进一步地允许反应器在停工时可以排空。这些设计提高了流体在横穿堰时的混合。

各区中的第一管道可以是水平的而且可以是功能性的，不带有堰，但是堰同时通过表面积和停留时间而在提高该系统的效率方面具有优势。另外，缩聚管道可以是倾斜向下的，特别地对于流体的IV接近0.5dl/g或更大时。

与上述酯化管式反应器相似的本发明的另一个方面是，缩聚反应器还优选包括降低缩聚反应器中的蒸气压的装置，如与缩聚反应器内表面保持流体连通的脱气装置。

类似地，用于缩聚反应器中的脱气装置可以包括排气装置和/或立管，其与上述酯化部分中讨论的设计相似。值得注意的是，脱气立管的排气末端优选与真空源保持流体连通从而竖管和缩聚反应器内表面中存在亚大气压。真空源可以由真空泵、喷射嘴、喷射器、或本领域中已知的类似设备保持。各蒸汽分离管线中的真空可用于控制缩聚反应器各区的压力。

现在参考图9，其显示堰/除气系统的一个实施方案，特别地，对分隔的液体使用任选的流动换向器系统，缩聚反应器还可以包括位于三通128内部堰124紧邻的下游的渐缩管123。在一个实施方案中，至少一个缩聚流体流过流动换向器，其中流动换向器紧邻堰并在其下游。渐缩管直径小于缩聚反应器的内径且渐缩管形成两个互连部分的节点的一部分，其中互连部分由上游部分和下游部分形成。渐缩管与上游部分联接并扩展到下游部分。渐缩管具有下端127，下端127有一个孔，单体/低聚物/聚合物在从上游部分到下游部分横穿时穿过该孔流动。

渐缩管127的下端与下游部分的内表面间隔一定距离,从而当流体因重力落下进入下游部分内表面中时会改善混合。事实上,更优选渐缩管下端与流过下游部分的单体/低聚物的顶部或上表面间隔一定距离,从而流过渐缩管的流体溅散到单体/低聚物/聚合物顶部或上表面上。

5        换句话说且仍然参考图9,在一个实施方案中,内外流路可以通过使用流动换向器混合。通过堰124滴落并在进入下一个弯管125之前进入渐缩管123,液态单体/低聚物/聚合物将由内而外地混合,反之亦然。液体在管道中从左侧120流动并流过堰124,后者控制着液体深度。蒸汽在121处连续出现在三通128的右侧。脱气的液体流入同心异径管  
10 123。同心异径管123通过更大直径管道的管帽126。缩径管止于下一个管路装置液池深度上方。该配置从顶管抽取液体并将流体导入下一个管道的中部并在122处输出。图9仅仅是流动换向器系统142的一个实施方案;也可以使用本领域已知的其他流动换向器。用于本领域典型的流动换向器可以参见,例如,Chemical Engineers' Handbook, Perry  
15 和Chilton编,第6版,5-23页。酯化工艺中通常不需要流动换向器,因为气体倾向于使流体混合。但是,如果需要,流动换向器可用于酯化工艺。

例如可以使用图8的蒸汽分离系统而不用流动换向器。在这一方面,在一个实施方案中,图8中的三通139含有一个如图9所示的堰,但是段143可以仅仅是直管而段140是一个弯管,其中不带流动换向器。  
20 因此,在这一方面,图8和18的段142不含有图9的流动换向器系统。

回头参考示于图2的缩聚反应器的示例性实施方案,缩聚反应器管道高度自上而下可以连续地倾斜。这样的配置在角度计算中需要非常的小心以得到希望的液位,因为严格说来,液体粘度和管道长度(沿着  
25 长度反应)将控制液面的角度。通过向管道的各液面添加堰,堰可以校正计算中的误差。即使有堰,液体也会溢出并连续围绕缩聚管道倾斜的水平螺旋线。但是,层流会使同一液体保持在外面而同一液体在流路里面。

本发明缩聚管式反应器中,在反应器各区之间或缩聚管式反应器的各段之间不需要泵。因此,本发明在一个方面不再需要在各区之间使用额外的泵。反应器缩聚区中的低聚物和聚合物一方面靠重力从一个段自流到下一个段,且反应器之间不放置限制压力的装置。优选使  
30

用料封管来保持反应器之间的压差，如下文讨论。

现在参考图17a和17b，缩聚反应器优选包括顶段235，中段236，和底段237，且在缩聚反应器中引入至少一个脱气装置。一个这样的脱气装置示于图8和图18的一个方面，如系统133。缩聚工艺中仅仅需要  
5 一个真空系统且仅仅需要一个真空压力。但是，仅通过一个真空系统，蒸汽速率可以非常高，而且将有害地将液体随蒸汽一同带入真空系统。可使用至少两级，更优选三级真空以将这样的夹带减到最少。一个真空系统最终可以提供需要的一或多个真空压力。

如果仅仅使用一个喷雾系统，就要求通向最高压力区的真空由一个  
10 控制阀控制。反应器和控制阀之间没有喷雾冷凝器时，则阀会堵塞。如果使用三级真空，主喷雾系统用于两个结合起来的较低压力真空系统，而另一个喷雾系统用于更高压力的真空系统，则控制阀在高真空喷雾装置之后。这样的阀将不会堵塞。一个真空组足矣，但是通常需要两个喷雾系统。

15 参考图17a和17b，来自酯化反应器的排出液在235进入缩聚反应器而缩聚工艺的最终产物在239流出系统。横穿过缩聚反应器的内表面的流体在从缩聚反应器第一到第二末端流动时还顺序流动通过至少一个（一是最小的，但是另外的脱气装置会降低蒸汽速度，从而降低进入蒸汽的液体雾沫夹带）各自的脱气装置，其中如所示的三个脱气装置分别  
20 位于缩聚反应器的顶段，中段，和底段。顶段、中段、和底段优选维持在彼此不同的压力水平，这优选通过利用料封管实现。优选，对于PET生产，顶段中压力范围为40至120毫米汞柱，中段压力范围为2至25毫米汞柱，而底段中压力范围为0.1到5毫米汞柱。料封管和真空源的一个实施方案公开于美国专利5,466,765和5,753,190中，其全文引入  
25 本发明中。还优选三个脱气装置与个芜湖排气系统保持流体连通。如果缩聚管式反应器通行工夫亚大气压下，这样的真空源可以是任何真空形成源如，但不限于，真空泵或喷射器。优选脱气装置133以分解图形式示于图8。在一个方面，可以使用层流混合系统142，其以分解图形式示于图9。缩聚反应器不同区之间的高度差使得可消除缩聚反应器  
30 序列之间的所有泵。尽管消除了泵的使用，便缩聚管式反应器实际上衰减了进口的扰动。

替代地，缩聚的各个段可以拆散从而来自一级的排出液(底部)被

泵送到下一段的流入口(顶部)。这使得系统总高度降低,因为各段在高度上比整个重力式供给系统更小。因此,各真空段不需要一个在下一个下方地终止。在一个方面,料封管控制的压差可用于将缩聚反应器下一段提高至高于较高压力段的出口。在缩聚真空压力区之间可以  
5 添加泵从而所有区可以起始于相同的高度。这就会降低缩聚设备的总建筑高度。

参考图18,示出了缩聚反应器的一个单一区域。即,参考图17a和17b,图18表示区P1、P2、或P3之一。或者,图18可以代表整个缩聚工艺。通常,P1、P2、和P3的各区处于不同的压力下以使聚酯生产的效率最大化。可以使用从1到多个的或多或少的区,例如,2,3,4,5,  
10 或更多区,例如对于PET或PETG生产来说通常使用3。图18中区的进口在147而出口在148。缩聚流体流过管式反应器从进口到出口沿着,如一个实施方案中所示,线性和非线性的通路反应。蒸汽用类似酯化工艺的管道布置在133处脱离缩聚反应器,如图7所示并特别地如图8中缩聚的一个实施方案所示(其还参见上文对酯化管式反应器的讨论)。图8  
15 示出图18部分133的放大,其中液体和气体进入分离系统133。图9示出图8和图18段142的放大。图18示出五个蒸汽分离段133。但是,对于一个特定的区可以使用任何数量的蒸汽分离段133,从1,2,3,到多至有效地排出该系统所需要的数目。图18还示出一个实施方案,其中使用  
20 了运用流动换向器系统142的层流混合,其放大图示于图9中。另外,示出了排气系统的优选角度:90度角随后是两个45度角。也可以使用其他角度。

缩聚工艺中的蒸汽或气体应该优选脱离液体。例如,在一个实施方案中,优选驱动EG副产物以蒸汽形式离开缩聚反应,分离它,并将  
25 它从系统中除去。分离度能受,例如,平行管数目提高的影响,这将会提高分离效果。

参考图8和9,在缩聚反应器138各高位的末端,液体流过在三通139内的堰124,用支管143将液体导向地面至弯管140,然后在141水平地流动。缩聚区中的堰(或流体粘度及管道长度)保持液位L,至大致为导管  
30 管中半满位置。这使表面积最大。一旦反应器中流体如此粘稠以至不需要堰保持液面,则保持管道半满不会使表面积或传质速率最大化。三通的第二支管138处于流动的方向。三通的第三支管144处于远离液

体流动方向的水平平面方向。在一个方面，蒸汽和夹带液通过流过非线性的管道分离。在一个方面，非线性的管道是这样的管道，其使得从第三支管144到蒸汽出口的角度不沿着直线形轨道行进。这样一个角度对夹带液形成撞击挡板。该撞击挡板导致夹带液脱离蒸汽并返回液体系统。参考图7，8，及18，示出这种夹带液/蒸汽分离器的各个实施方案。在水平地离开三通第三支管短距离之后，蒸汽管线有弯管134，优选90度弯管，将蒸汽导向远离地面方向。水平区144使得蒸汽以低速率流动而液体被分离并流回主流。自蒸汽弯管134垂流短距离145之后，与优选的45角弯管135(具有最大分离能力的常见管道部件)一同安装在优选的45角弯管146上，其在137处恢复水平。弯管具有陡斜率以提供使高粘度液体以极低停留时间排空返回反应器所需的能量。蒸汽，不带液体，向上通过进入弯管。然后水平管137与其他蒸汽管线结合或被导入冷凝器或真空系统。蒸汽通过管线137离开而液体进入管线141中的下一个液面。陡斜率是用于夹带液的撞击挡板。液体流过堰，并下降到下一个区。在下一个管线141中可以进行进一步的缩聚。管道的物理布局不用任何内构件(除了堰)或复杂的配置就可提供了希望的功能(流量，压力，等等)。

离开三通36的酯交换或酯化蒸汽导管与在90度弯管134之后可以垂直地导入蒸汽的缩聚导管相同，示于图7g。如图7g所示，液体相对于返流回液池的弯管分离。如图18所示，弯管136具有陡斜率以提供使高粘度液体以极低停留时间排空返回反应器所需的能量。蒸汽，不带液体，向上通过进入弯管。气体沿管道向上行进至蒸汽处理设备。

在缩聚区之前的压降区具有高的混合度。反应器之间的压力下降区也具有高的混合度并在该反应器中可达到。

氮气或蒸汽或气体可以被吹扫过或进入一或多个缩聚反应器段的液体中。该过程一个潜在的优点是降低了二醇的分压，从而提高了缩聚速率。

现在参考图6，其是本发明又一个实施方案，示出的酯化反应器分成多个平行的管式反应器流动管道165及166，进口在164处。平行的酯化反应器的出口流向缩聚反应器。示出的缩聚反应器在其第一和第二端之间分成多个基本上平行的流动管道160，161，和162。流过缩聚反应器的流体在从第一端到第二端流动过程中通过多个流动管道。如所

示, 至少一个流动管道进一步包括与此保持流体连通的注入管线163, 其中注入管线适合于向流过其中的单体中加入添加剂。关注的添加剂可以是上列的任何一种。

仍然参考图6, 本发明缩聚反应器可用于从分离线生产多种产品。反应器可以在许多位置分解以容许引入不同的添加剂、反应物或产品属性(如固有粘度(IV))。例如, 在图6中, 在单个酯化段164中可以制备一种单体或低聚物(用两个平行反应器165和166示出), 并被送到两个不同的缩聚反应器160和161中, 这使得能制备两种不同熔融相的产品。缩聚反应的条件、反应物、添加剂、尺寸、或这些特征的组合或其他特征可以相同或可以不同。如上所述, 管线163是附加管线而单体显示为被分开的另外的反应物, 如DEG, 在163处加入以允许缩聚反应器在162中制备不同的产物, 如更高的DEG产品。分开的数目不局限于二; 可以分开任何数目。类似地, 装置的操作中可以有一些区排空并不进行操作, 以允许装置在多个生产能力下操作。

回到缩聚管式反应器的设计, 管道的垂直高度、管径、管道总长、以及进口和出口处的压力可以根据待制备产物、装置的生产能力、和操作条件广泛地变化。普通技术人员可以使用基本的工程设计原理结合本发明中的公开容易地确定这些参数。管道的垂直高度通常不是关键的且可以基于建筑物尺寸。

#### HTM子回路

大多数聚酯装置具有大量HTM(传热介质, 如油)子回路泵。这些泵允许对低于主回路集管温度的单个回路进行温度控制。降低HTM温度降低了壁温, 改善了聚合物颜色, 减弱降解, 并允许改善温度控制。

本发明中, 使集管温度通过反应器中最热的区进行控制以及用于其他区的阀可以消除这些泵。第二最热区通过第一区流出的HTM加热。在这两个区中间, 一个控制阀使得流向HTM返回集管而一个第二控制阀使得从HTM提供集管流出。这就提供了与用于回路泵得到的相同的温度控制。各相继区以同样方式进行温度控制。所有这些因为管式反应器可以具有套管以使通过反应器的HTM的压降变低而成为可能。另一方面, 对于常规工艺来说, CSTR依赖于反应器中的盘管和夹套反应器, 这导致通过反应器的HTM的 $\Delta P$ 变大。

参考图14, 主HTM集管中的流速可以被降低而HTM的返回温度将低于子回路控制系统。传热介质由集管173提供并回到集管174中的炉或热源。在集管173和174之间施加压差以向液流提供推动力。供应集管173的压力也必须超过串联管路所有区中添加剂的压降, 而且还要克服返回集管174中的压力。返回集管174必须为集管泵提供适当的汽蚀余量。传热介质 (HTM) 通过温度或流量控制阀提供给区172。离开区172的HTM行进到区171。如果流体太热或流率太高, 则HTM被移至集管174。如果流体太冷, 则流体从集管173加入。如果流体需要的温度较可由阀调节所得的温度更高, 则流体可被移至集管174并被来自集管173的流体替换。

在第一实施方案中, 因此, 传热介质控制系统包括第一传热介质集管, 通过该集管流过第一传热介质物流; 第二传热介质集管, 通过该集管流过第二传热介质物流; 第一传热介子回路, 通过该子回路传热介质可以流过, 分别从第一集管流到第二集管; 以及与某一选定的集管和第一子回路保持流体连通的控制阀。第一传热介质物流的压力大于第二传热介质物流的压力, 而控制阀用于使用第一传热介质物流的压力选择性地至少一部分第一传热介质物流导入第一子回路, 仅仅, 令传热介质通过第一子回路, 而且还控制从那里流过的传热介质物流的温度和压力。本系统另外的方面包括独立于第一子回路形成并与第一子回路保持流体连通的第二传热介子回路; 以及与第二子回路保持流体连通的第二控制阀。第二控制阀选择性地至少一部分第一传热介质物流的至少一部分导入第二子回路, 使用第一传热介质物流的压力, 以控制流过第二子回路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集管, 通过该集管流过第一传热介质物流; 第二传热介质集管, 通过该集管流过第二传热介质物流; 第一传热介子回路, 通过该子回路可以使传热介质从第一集管流到第二集管; 与第一集管以及第一子回路保持流体连通的第一控制阀; 以及与第一子回路和第二集管保持流体连通的第二控制阀。第一集管内第一传热介质物流的压力大于第二集管内第二传热介质物流的压力, 而一个或同时两个控制阀用于使用第一传热介质物流的压力选择性地至少一部分第一传热介质物流导入第一子回路, 令传热介质通过该第一子回路, 而且还控制通过第一子回路

的传热介质物流的温度和压力。

本发明实施方案的一个另外的方面包括，添加与第一子回路独立地形成并与之保持流体连通的第二传热介质子回路，以及与第二子回路保持流体连通的第二控制阀，其中第二控制阀使用第一传热介质物流的压力，选择性地至少一部分第一传热介质物流导入第二子回路，以控制从那里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回路的传热介质的温度和压力。本发明一个另外的方面包括与第二子回路保持流体连通的第三控制阀，其中第三控制阀使用第一传热介质物流的压力，选择性地至少一部分第一传热介质物流导入第二子回路，以控制流过第二子回路的传热介质的温度和压力。

传热介质控制系统的另一个方面是通过第二子回路的传热介质的压力将小于通过第一子回路的传热介质的压力。另外，第二控制阀将用于提高通过第二子回路的传热介质的温度和压力。因此，在另一个方面，本系统包括在密封的流体连通中从第一子回路延伸到第二子回路的导管，从而流过第一子回路的传热介质通过第二子回路，第二控制阀分别与第一和第二子回路各自保持流体连通，并用于控制从第一子回路流入第二子回路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回路流入第二子回路的传热介质的温度和压力。

本系统的再一方面包括一系列传热介质子回路，因此，各个相继的子回路与在其之前以从其中接收传热介质的子回路保持流体连通。流过一系列传热介质子回路的传热介质的流体压力方面的特征是，随后的各子回路相对于在前子回路更低。

同样，该系统的实施方案的一个方面是，流过一系列传热介质子回路的传热介质的温度，将是随后的各子回路相对于在前子回路更低。一个另外的方面是一系列子回路的各自分别的传热介质子回路具有与第一集管以及用于提高从其中流过的传热介质的温度和压力的子回路保持流体连通的第一控制阀，和与该子回路以及用于降低从其中流过的传热介质的温度和压力的第二集管保持流体连通的第二控制阀。

传热介质控制系统的另一个方面是传热介质在没有传热介质循环泵的情况下从第一集管流动进入并通过第一子回路，以及传热介质在没有传热介质循环泵的情况下从第一子回路流动进入第二集管。类似

地，该实施方案的另一个方面是传热介质在没有传热介质循环泵的情况下分别从第一集管流动进入并通过第一子回路，并从第一子回路流动进入第二集管。

5 传热介质流动通过传热介质系统的方法包括使第一传热介质物流流动通过第一传热介质集管；第二传热介质物流流动通过第二传热介质集管；使传热介质在没有传热介质循环泵的情况下，使用与第一集管和第一子回路保持流体连通的第一控制阀，从第一集管流动通过第一传热介质子回路；以及使传热介质在没有传热介质循环泵的情况下，使用与第一子回路和第二集管保持流体连通的第二控制阀，从第一子回路流动通入第二集管。缩聚流体在没有泵的情况下从管式反应器的第一端移动到第二端。

### 设备的最小化

15 如果希望，可以从聚酯工艺中排除使用液体原料进料罐。正如已知的那样，原料通过任何数量已知种类的运载工具运送至工艺装置，包括管道、铁路车皮、或牵引拖车。本发明使得原料，当运输到达后，可以立即直接从运载工具泵送到装置中。该工艺的基础是泵的NPSH曲线。如已知的那样，且例如，如果使用牵引拖车输送流体，NPSH就是拖车内液位以及流体到泵的压降的函数。压降是流体速度、流体粘度、20 以及所用管道结构的函数。比较起来，来自供料罐的静压头是液体高度和密度的函数。系统的管道结构在两种情况下都是恒定的。液体密度和粘度随环境温度的改变有小的变化，但是如果密度和粘度变化较大，则它们可以用已知的方式通过coriolis质量流量计得到。

25 因此，如果根据流量计已知质量流量，则已知结构的工艺控制计算机(未示出)可以将该数据，以及如上所述任何另外的可能需要的输入数据作为输入数据，并且可以用进料泵压力计算拖车内的流体质量。进料泵压力和流量数据用于连续地测定拖车内流体的质量。在功能检验过程中，拖车内液位与压力和流量的关系被确立来修正任何计算机估算的差额。

30 现在参考图21所示流体输送系统在下文描述操作工艺。第一拖车265停靠在泵站"P"处。拖车通过分别打开一系列阀251、252、253、257、261、和276与泵263联接并阀控。同时，分别关闭第二系列阀258、

- 259、272、274、和275。启动泵263并通过返回到拖车265而灌注。只要自动阀门272开启，系统就已准备好进行装置运转。第二拖车266也停在泵站，并通过分别打开一系列阀254、255、256、260、262和273与第二泵264联接并阀控。同时，关闭阀258、259、271、274和275。
- 5 启动泵264并通过返回到拖车266而灌注。泵264系统现在准备好进行装置运转但是保留在备用状态。

10 阀272打开且装置启动。当拖车265液面被测处于某一特定液面如，例如，满液位的10%时，关闭阀272并同时打开阀271以将流体无缝供应到装置。现在泵263再循环返回拖车265而泵264从拖车266向装置供料。装置持续运行从拖车266消耗流体直到其中液位的测量结果为达到某一液位如，例如，满液位的85%。只要这一情况出现，计算机就打开阀275并关闭阀276。这样就将拖车265内剩余的流体量泵入拖车266里。泵263在低瓦特时自动停止。然后工艺控制计算机关闭阀275。

15 将第一拖车265从泵站处移走，另一个充满所需工艺流体的拖车265停在泵站处。该过程通过从拖车265灌注泵263而重复。然后，只要拖车266内液位的测量结果为在某一液位处如，例如，满值的10%，则关闭阀271并打开阀272。使用拖车265中的液位直到液位的测量结果为在某一液位处如，例如，满液位的85%，于是拖车266内剩余的流体被泵送入拖车265。然后将拖车266从泵站处移走，另一个满的拖车266

20 停在原先的拖车位置。泵从新的拖车266注入并灌注264，并用这种方法连续进行该过程。

所述流体输送系统的第一实施方案因此包括至少一个放置在泵站的输送容器，和至少一个与所述至少一个输送容器保持流体连通的泵，所述至少一个输送容器与一个阀组保持流体连通，该阀组与工艺

25 装置管道系统保持流体连通。流体通过阀组选择性地直接从至少一个输送容器泵送并进入工艺装置管路系统里，这一过程中不存在用于另外地从所述至少一个输送容器当中接收和贮藏流体的流体输送和储存罐。另外，该系统包括放置在泵站的第二输送容器和与第二输送容器保持流体连通的第二泵，各输送容器和泵分别与阀组保持流体连通。

30 阀组由多个可选择性地操作的，与工艺装置管路系统保持流体连通的控制阀组成，从而流体分别通过所述阀组在没有流体输送进料与贮存罐的情况下，选择性地直接从第一和第二输送容器泵送进入工艺装置

管路系统中。

本系统另外的方面包括工艺控制计算机，工艺控制计算机分别与第一和第二泵可操作地耦合在一起，并与阀组内至少一个控制阀耦合；分别与第一和第二输送容器各自保持流体连通、并且与工艺控制计算机可操作地耦合在一起的质量流量计；质量流量计的构造和安装可以测定并输送从任何一个输送容器传输到工艺控制计算机的流体质量流速；工艺控制计算机用流体质量流速和测定的进料泵压力计算选定的输送容器内的流体质量。另外，工艺控制计算机使用进料泵压力和流体流速流率连续地测定选定的输送容器内的流体质量。

工艺控制计算机打开第一自动控制阀并启动工艺装置的操作；并且只要通过工艺控制计算机测定到第一输送容器内液位处于第一预定液位，即关闭第一自动控制阀。另外的方面是由工艺控制计算机同时打开第二自动控制阀，从而第一泵将流体从第一输送容器再循环返回第一输送容器，而第二泵将流体从第二输送容器供应到工艺装置中。此后装置由第二输送容器提供工艺流体直到工艺控制计算机测定其中液位处于第二预定液位。此后，工艺控制计算机打开第一控制阀并关闭第二控制阀，从而第一输送容器内剩余的流体物质被泵送入第二输送容器。一旦工艺控制计算机关闭第一控制阀，第一输送容器就可以由新鲜的输送容器替代其在泵站中的位置。本发明一个另外的方面包括工艺控制计算机重新打开第二控制阀并关闭第一控制阀从而由第二输送容器为装置供应工艺流体。

因此本发明所述方法包括将第一输送容器放置在泵站，所述第一输送容器与第一泵保持流体连通，将第二输送容器放置在泵站，所述第二输送容器与第二泵保持流体连通，并选择性地分别从各输送容器直接将流体系送入阀组并进入工艺装置管道系统。该方法包括以下方面，即，将工艺控制计算机分别与第一和第二泵，以及阀组内至少一个控制阀可操作地耦合，并用质量流量计分别与第一和第二输送容器各自保持流体连通，并与工艺控制计算机可操作地耦合在一起，以测定分别通过第一和第二泵从其中流过的流率。工艺控制计算机用流体质量流速和实测的进料泵压力计算选定的输送容器之一当中的流体质量，并且使用进料泵压力和流体流速流量并连续地测定选定输送容器之一当中的流体质量。工艺控制计算机对测定的选定输送容器当中的

流体质量作出响应，打开第一自动控制阀并启动工艺装置的操作。

本方法另外的方面还包括，一旦通过工艺控制计算机测定第一输送容器内的液位处于第一预定液位，工艺控制计算机就关闭第一自动控制阀，从而第一泵将流体再循环返回第一输送容器，并同时打开第二自动控制阀从而第二泵从第二输送容器将流体供应到工艺装置中；由第二输送容器为工艺装置提供工艺流体直到工艺控制计算机测定其中液位处于第二预定液位；工艺控制计算机打开第一控制阀并关闭第二控制阀从而第一输送容器内剩余的流体物质被泵送入第二输送容器中。工艺控制计算机关闭第一控制阀并用新鲜的输送容器替代第一输送容器在泵站中的位置；然后将剩余的流体从第一输送容器内部转送到第二输送容器，此后持续由第二输送容器向工艺装置提供工艺流体同时替换第一流体输送容器。

正如已知的那样，在典型的聚酯处理设备中存在三种不同的蒸馏塔：水塔，解吸塔，和MGM塔(乙二醇和单体混合塔或乙二醇冷凝物塔)。来自酯化反应器的蒸汽被送到水塔。在那里水从乙二醇中分离出来。尾馏段(包括水)在塔顶被除去并送到解吸塔，同时乙二醇及其他高沸点化合物在塔底除去并可被送回浆料罐，反应器，送往其他用户，以及如本发明中所述，返回循环回路。

解吸塔在解吸塔顶将无法被送到废水处理设施的对二氧六环分离出来，并将对二氧六环与水的共沸物结合然后送到炉中或与其他低沸点组分一起送到氧化器。解吸塔底部的流体被送到废水处理设备。在本发明一个实施方案中，水塔保持在将尾馏段送到炉中而不是送到解吸塔的状态，因此可以取消解吸塔。在这一情况下，水塔排空至炉中而不是将尾馏段送至解吸塔。MGM塔也排空至炉中。

还已知，在传统的聚酯处理设备中，需要废水处理设备来处理有机废物以及由本工艺产生的水力负载(水流)。在本发明的一个方面，如上所述，有机废物排空至炉中并在那里被焚烧。在本发明一个独立的方面，如这里详细讨论的，通过从聚酯形成工艺中消除多个单元操作并整合该装置，能够形成更紧凑的装置，屋顶可以覆盖整个工艺装置，因此不再需要对将水力负载送到废水处理设备，因为不再会允许雨水接触到本工艺设备，和/或任何溢出的工艺流体。因此，在本发明另一个方面中，通过将有机物废料送至炉中而消除有机物废料，通过

降低设备尺寸同时将设备位于屋顶下而对装置进行整合从而消除水力负载或废水，以及消除对废水处理设备的需要，否则聚酯加工厂将需要利用该设备。

5 来自装置的环境排放可以通过将所有工艺(即，蒸馏塔，洗涤器，吸附剂，真空泵，等等)以及罐排空到增压通风集管里得到降低。通风集管流向HTM炉并被焚烧。如果所有这类排空均与集管联接，因此，来自装置的未氧化的排放将减少99%以上(通常氧化的排放物为二氧化碳和水)。另外，该工艺消除了对解吸塔的需要。

10 本发明又一个特征是通过将各蒸馏塔基础部分的体积提高至超过常规工艺使用的基础体积，可以取消用于使产物流入和流出蒸馏塔时所用的罐。这就会降低流体容器面积的量及所有与任何这种贮罐相关的费用。提高基础的高度或直径可以提高蒸馏塔体积。塔中不需要另外的仪表。在本发明一个方面，水塔基础的直径或高度较传统的水塔高出至少40%。在这一方面中，总高度增加了大约至少3%。在又一个方面中，基础直径或高度提高至少50%。

20 如上所述，通过装置的整合可以取消废水处理设备。如前所述，这一点特别能够通过消除环境排放和通过消除贮罐得以实现。此外，装置的构造为全部工艺建筑物、拖车泵/卸载站、HTM炉、和/或本装置任何其他可能具有潜在COD的地带覆盖屋顶。来自造粒机和冷却塔的废水从所有其他废液中分离出来并送至装置排水口。所有雨水，包括来自所有上述屋顶地带的水，也送至装置排水口。在工艺装置和HTM炉之间建造沟渠，优选夹壁的沟渠。这优选是有盖的沟渠。所有残余的污染废水进入该沟渠。在沟渠内收集的所有废水从沟渠中抽出泵至HTM炉，在那里废水被焚烧。如果所有其它的水源受到限制，则热负荷成本会被废水处理厂的资金成本和生产费用的减少所抵销。

30 同样，如果对工厂布局进行适当地规划，对于熔融相设备的球粒或碎片只需要一个运送系统。反应器最终出口高得足以用切刀就可以造粒，后者靠重力落入位于切刀下方的分析柜中。在另一个实施方案中，取消了该分析柜。球粒被输送到掺和筒仓的顶部，而掺和筒仓的底部位位于包装箱上方。包装箱的底部位位置和高度足够高，使得包装箱中的内容物靠重力被送入大容积(Sea bulk)、卡车、或铁路车皮中。同样，通过直接从筒仓向包装设备进料也可以省去包装箱。包装散装

袋、箱、罐、以及麻袋的单元位于包装箱之下并与之足够接近从而它们也可以靠重力装填。运送系统的减少降低了设备，应用成本，并随着用于球粒熔融和排列机件的消除而改善了产品质量。

在本发明又一个方面中，可以通过将安全淋浴、冷却塔、切刀用水、以及HTM泵冷却水结合而将装置中的水系统减到最少。

通常，装置的安全淋浴系统是独立系统。它具有由市政供水供应的液面控制系统。它还具有增压系统和电源故障情况下的备用加压气体。冷却塔具有供水系统，用于在由于蒸发造成的水的损失时保持其中水位，以及用于使高沸点组分不会浓缩或沉淀的排空(吹扫)。冷却塔系统具有化学添加剂系统，其将水的pH值、硬度、生物生长、等保持在目标值。切刀水系统为切刀供应水(造粒)，且需要补充水，因为在接触热的聚合物束时水会蒸发。该系统通常没有吹扫，且杂质通常会留在球粒上，尽管这会出现问题。切刀系统还具有化学添加剂系统。HTM泵带有具有高压降的冷却器。

标准冷却塔集管不能提供足够压力以通过HTM泵上的高压降的冷却器。

为处理这些问题通常有四个选择：

- 1.) 以单程冷却的方式使用补给水；
- 2.) 支付提高的资金和泵送费用以提高冷却塔总水管的压力；
- 3.) 承担更多的资金和泵送费用以建造独立的高压冷却塔集管；以及
- 4.) 承担另外的投资费用并放弃质保以为泵购买低压降冷却器。

整合这些系统可以降低资金和操作成本。随着HTM系统的整合和所有子回路泵的消除，只留下主回路HTM泵。这些HTM泵所需的冷却水流率略少于所需要的冷却塔补给水(太多的水是可接受的)。切刀水系统具有更高的水压以送到切刀上，该压力也高得足以供HTM泵冷却器使用。但是，在通过HTM泵之后，水将不会回到切刀系统，因为HTM泄漏会污染产物。因此，这些来自HTM泵的水应该送到冷却塔。如果将冷却塔化学试剂加入到切刀水系统中，它将会保护切刀水系统并消除化学添加剂系统之一，并且仍然通过这种吹扫为冷却塔提供化学试剂。切刀水系统上的吹扫不会是有有害的，而且可能是有益的。将水从切刀水系统泵送通过HTM泵冷却器然后通过冷却塔可以消除HTM泵需要的另外

的冷却系统，会消除化学处理系统，并为所有三种应用提供需要的水。水将仍然需要被供应到切刀水系统和安全淋浴。

安全淋浴系统需要每周冲洗以使水不致污浊。更经常地冲洗将是有益的，而自动冲洗则会降低成本。如果提高安全淋浴罐，则增压和备用增压系统就不需要了。如果水进入安全淋浴罐并从罐的顶部溢出，则罐会保持充满并不再需要液位系统。如果用于切刀水系统的液位控制阀处在为安全淋浴罐提供水的管线中，而且安全淋浴罐溢出进入切刀水箱，则安全淋浴将随着水以同时针对切刀水和冷却塔水系统的补给速率流动过程中被连续地冲洗。该布局会消除所有来自安全淋浴系统的工作和仪表。

用于解决上述问题并满足装置操作工需要的本发明的新型一体化装置配水系统图解于图22中。现在参考图22，安全喷淋水贮存罐290由适合的水源"W"，如装置外市政供水系统(没有示出)提供清洁淡水。安全淋浴罐为装置安全淋浴和洗眼杯(未示出)提供任何需要的水，并且还通过第一管道291为过滤器和蓄水池组件294提供水，所述294作为独立的切刀/造粒机水箱294的一部分。一旦被引入水分配回路，水就流入并通过过滤器和蓄水池组件294。由此处滤过的冷水通过适合的泵295流过造粒机水分配回路，然后流过下游热交换器296以在流过泵之后将水冷却。过滤器298位于泵下游的造粒机水分配回路里以除去任何废屑和/或其中可能夹带的微粒。作为造粒机水分配回路的一部分提供下游化学添加剂站299，目的是使造粒机水分配回路中的水保持在控制的有机物生长、水硬度、水溶解度、和腐蚀性指标之内，正如工艺进行所需要的那样，并且归应于现场以及提供给本系统水的水特征。造粒机水分配回路的最终组分是切刀/造粒机站300，其功能描述如下。

来自装置的熔融聚合物通过聚合物供应管道316在切刀/造粒机站300处提供给聚合物挤压模头317，模头以已知方式挤出多个熔融聚合物束318。熔融聚合物束在切刀/造粒机站300中冷却，所述站300用于以用冷的、由造粒机水分配回路提供的滤过水造粒和/或切割熔融聚合物束。此后，现在被加热的而且是"脏的"水流入过滤器和蓄水池组件里以进行冷却，用补充水补充由于在切刀/造粒机站蒸发而损失的水，补充水也用于冲洗泵303，并且是从安全喷淋水贮存罐加入的。然后流入过滤器和蓄水池组件的水通过造粒机水分配回路流回，如上文所

述, 进行重复使用。

独立的水管线路302由造粒机水分配回路供水, 并延伸至下游泵303, 该泵用于将水送至冷却塔304。冷却塔装备有液面控制306, 用于保持作为冷却塔组件一部分形成的水收集盆307中持有的水的液位。液面控制306具有最小流量设定, 它会保证始终为泵303提供冷却所需要的最小的冷却流量的令人满意的水量。冷却塔冷却流过其中的水, 水从水收集盆流过并通过冷却塔供水系统回路308。

流过冷却塔供水系统回路的水的预期用途包括任何希望数目的下游冷水用户311, 这些用户可以将现在"废弃的"水返回至冷却塔供水系统回路。任何在下游未使用的水流回并通过水冷却塔, 液位控制阀306根据需从造粒机水分配回路汲水, 用于补充收集盆/储存器307失的水。

来自下游用户的流回冷却塔供水系统回路的废水流回并通过冷却塔304, 并在其中蒸发。水的蒸发因此将流过冷却塔供水系统回路的水流中的固体和/或污染物浓缩, 从而水被通过水冲洗管线312清洗出回路, 根据需要, 至具有控制器314的水排出口(未示出)。泵310提供用于将通过其中的冷却水送至任何及所有用水户的动力。

提供给安全喷淋水贮存罐290的水通过水位调节315控制, 该设备将水槽290内的水位保持在适合的水位。来自安全喷淋水贮存罐的过剩水通过水管线路291从其中通过并进入造粒机水分配回路292的过滤器和蓄水池组件之中, 在那里, 水被如上所述进行处理。所有提供给造粒机水分配回路292和冷却塔水回路308的水均由适合的供水系统W(饮用水), 如上所述提供。这包括加入到各系统中补偿下游用户311和切刀/造粒机站300中的水分蒸发, 以及冷却塔304中全部水损失的所有的

水。

因此, 本发明整合装置配水系统在第一实施方案中包括与水源保持流体连通并由水源供水的安全喷淋水贮存罐, 与安全喷淋水贮存罐保持流体连通并由该贮存罐提供水的第二水分配回路, 与第二水分配回路保持流体连通的第三水分配回路, 以及用于选择性地从第二水分配回路汲水以为第三水分配回路提供水的控制阀。这一系统的总的方面包括与独立的安全淋浴及洗眼系统保持流体连通的安全喷淋水贮存罐; 从安全喷淋水贮存罐保持密封的流体连通延伸到第二水分配回路

的水管道，其中第一水分配回路由安全喷淋水贮存罐提供水，水的提供以水从其中溢出并流入第一水回路的方式进行。第一水分配回路包括造粒机水回路，该回路的构造和安装可以为用于将熔融塑料聚合物造粒的造粒站提供水；过滤器及蓄水池；其构造和安装可以从蓄水池泵送水通过第一水分配回路的泵；换热器；过滤器；和化学添加剂站。5 换热器位于泵的下游，过滤器位于换热器的下游，化学添加剂站位于过滤器的下游，造粒站位于化学添加剂站的下游，而过滤器和蓄水池则在造粒站的下游。

所述整合装置配水系统另外的方面包括与过滤器和蓄水池保持流体连通的水位调节，和在各水位调节和安全喷淋水贮存罐中间并与之保持流体连通的控制阀。水位调节的构造和安装可以选择性地直接从水源向过滤器和蓄水池添加补充水。水位调节构造和安装还可以选择性地控制向安全喷淋水贮存罐供应水以将其中水位保持在预定水位。10

第二水分配回路包括包含冷却塔的冷却塔水回路，其构造和安装可以将水从冷却塔泵送通过第二水分配回路的泵，和至少一个冷却塔用水户。冷却塔进一步包括作为其一部分形成的水收集盆，其用于收集从其中流过的水。冷却塔水回路的泵位于水收集盆的下游，而所述至少一个冷却塔用水户则位于泵的下游和冷却塔的上游。第二水分配回路进一步包括与之保持流体连通的冲洗管线，和与冲洗管线保持流体连通的、用于用于使水选择性地从第二水分配回路通过的控制阀。20 第二水管道从第一水分配回路以密封的流体连通方式延伸到第二水分配回路以向其中供水。

用于选择性地从第一水分配回路汲水至第二水分配回路的装置的一个方面包括与第二水管道保持流体连通的第二泵，适合于从第一水分配回路汲水到第二水分配回路中。用于选择性地汲水的装置的另外的方面是与冷却塔水收集盆保持流体连通的水位调节，和在第二泵以及冷却塔水收集盆各自中间并与各自保持流体连通的控制阀。用于冷却塔盆的水位调节的构造和安装可以选择性地从第二水管道向冷却塔水收集盆添加补充水，且其构造和安装还可以形成最小的水流设定，30 这会确保始终可以为第二泵冷却所需的最低冷却流量提供满意的水量。

因此，本发明又一个方面是通过整合装置配水系统分配水的方

法, 该方法的总的方面包括向安全喷淋水贮存罐提供水, 令水从安全喷淋水贮存罐通过并进入第一水分配回路之内, 和选择性地使水从第一水分配回路流到第二水分配回路。该方法的特征还在于另外的方面, 即, 直接从水源选择性地向第一水分配回路加入水; 使第一水分配回路中的水通过熔融聚合物造粒站; 使第二水分配回路中的水通过水冷却塔; 使水选择性地从第二水分配回路流过与第二回路保持封闭流体连通的水冲洗管线; 并选择性地使水从第一水分配回路通过并进入作为第二水分配回路一部分形成的冷却塔水收集盆中。

供所述工艺/工艺装置使用的集成真空系统的优选实施方案示于图23。通过使用图示集成真空系统, 可以降低EG喷射咀的数目, 以便在一些情况下如果不能省去冷水系统的话, 将冷水系统减到最少, 而且在最后一个缩聚反应器中得到两段真空所需的部件数目也会被减到最少。

分别如图17a和17b所示, 缩聚通常具有三级真空。在这里, 本发明独特的设计将这最后两级真空段, 中压和低压真空段整合在一起。第三真空段无法整合是因为该段中压力太高, 否则将不能使EG蒸气喷射咀具有用于操作的适当压差。在蒸汽管线中放置阀已经导致产生堵塞问题, 并且不是可靠的解决办法。不过, 两段真空可以有效地偶合。

现在参考图23, 适合的而且换句话说, 传统的真空泵320在用于冷凝如EG及其他可冷凝的组分的级间冷凝器321上建立真空。第一EG蒸气喷射咀322安装在喷雾冷凝器324和级间冷凝器之间, 且该蒸气喷射咀的压缩比一般将在6至8之间。级间冷凝器的排出液流向液封容器325, 也称为浸渍容器。真空泵排出物, 以及喷雾冷凝器排出液也可以流到该密封容器中, 或流到任何其他种类希望的容器中。然后来自该浸渍容器的液体被泵送通过过滤器326, 冷凝器328, 然后或者(a)回到级间冷凝器321或喷雾冷凝器324, 或者(b)由管线331排出系统并送到, 例如, 水塔(未示出)。取决于待加工产品, 系统温度将被提高或降低以控制真空, 同时如已知的那样, 控制低和中沸点组分的聚集。

本发明集成真空系统的真空泵由缩聚中压真空段或P2区, 经过管线244为喷雾冷凝器的顶部或顶区建立真空, 如示意图所示。来自最终缩聚反应釜顶部的这一中压真空/蒸汽流与喷雾冷凝器在冷凝器顶区内部液体冷却喷咀(未示出)下方处联接。如所示的那样, 从喷雾冷凝

器伸出至第一EG喷嘴真空接头也在喷雾冷凝器的顶部，其使得缩聚蒸汽在到达EG喷嘴之前被冷凝。这对于提高喷嘴能力具有所希望的效果。

5 最终缩聚反应釜的缩聚低压真空段或区P3通过管线245连接到第二EG喷嘴330上，并从那里延伸至喷雾冷凝器的底部或底区。来自该第二EG喷嘴的蒸汽由此在喷雾冷凝器324底部液体冷却喷嘴(未示出)下方位置进入喷雾冷凝器324。这使得来自第二EG喷嘴的缩聚蒸汽，以及来自最终反应器底部的低缩聚压力真空在不损害或削弱缩聚反应器顶部真空的情况下得到冷凝。

10 仍然参考图23，本发明的集成真空系统还包括用真空泵320经过缩聚高压真空段或P1区建立真空所必需的部件。从而，高压真空区经过真空管243连接到冷凝器335上。来自高压段的蒸汽在冷凝器335中以已知方式冷却。在冷凝器内部收集的液体/液体冷凝物流入与冷凝器保持流体连通的第二密封容器336中。

15 第二密封容器与泵337保持流体连通，所述泵337从中汲取液体/液体冷凝物并使其流过下游过滤器339。此后，液体在与过滤器保持流体连通的急冷器340内急冷，且液体流回冷凝器335用于重复使用，或依照要求流至装置内的其他用户。真空管334从冷凝器335顶部伸出，并与真空泵320通过控制阀343保持流体连通。

20 该设计因此消除了一个EG喷嘴序列，一个喷雾冷凝器和泵送系统，并且每一序列总共只具有两个EG喷嘴而不是三个。通过将所有用于中和低压真空区的料封管放置至同一个密封容器中，密封容器数目也被减少到少于一半。例如一个双重系统将具有五个密封罐，而单个系统通常具有三个密封罐。这种结构由此消除了不必要的设备，仪表，  
25 并且降低了否则将要操作更大真空系统需要的能量消耗。

因此，如上所述，本发明集成真空系统包括分别与缩聚反应器各中和低压真空区保持流体连通的喷雾冷凝器，与喷雾冷凝器保持流体连通的级间冷凝器；和与级间冷凝器保持流体连通的真空泵。本系统另外的方面包括分别与各喷雾冷凝器、级间冷凝器、以及真空泵保持  
30 流体连通的密封容器；以及其构造和安装可以分别从喷雾冷凝器和级间冷凝器收集、过滤、急冷、和分别分配液体到各喷雾冷凝器以及级间冷凝器的液体分配系统。其他方面包括构造和安装可以从真空泵收

集液体的液体分配系统；所述液体分配系统由构造和安装可以分别从各喷雾冷凝器和级间冷凝器收集液体的单个密封容器组成；和与液体分配系统保持流体连通并且构造和安装可以依照要求选择性地将急冷液体送至其他用户的控制阀。

- 5       本系统另外一个方面包括来自低压真空区的流体进入喷雾冷凝器底部部分，而来自中压真空区的流体进入喷雾冷凝器间隔开的顶部部分；与缩聚反应器高压真空区保持流体连通的第二喷雾冷凝器，所述第二喷雾冷凝器还与真空泵保持流体连通；配置在各第二喷雾冷凝器和真空泵之间并与之保持流体连通的控制阀；以及构造和安装可以将
- 10       由第二喷雾冷凝器流至至少所述第二喷雾冷凝器的液体收集、过滤、急冷、并分配的第二液体分配系统。

- 本发明集成真空系统的又一个方面包括，分别与缩聚反应器各中和低压真空区保持流体连通的喷雾冷凝器，与喷雾冷凝器保持流体连通的第一EG喷嘴，与第一EG喷嘴保持流体连通的级间冷凝器，与级间
- 15       冷凝器保持流体连通的真空泵，以及分别与低压真空区和喷雾冷凝器保持流体连通的第二EG喷嘴。本发明该实施方案另外的方面包括来自低压真空区的流体进入喷雾冷凝器底部部分，而来自中压真空区的流体进入喷雾冷凝器间隔开的顶部部分；第一EG喷嘴从喷雾冷凝器顶部部分伸出；第二EG喷嘴与低压真空区和喷雾冷凝器底部部分保持流体
- 20       连通；和分别与喷雾冷凝器、级间冷凝器、以及真空泵保持流体连通的密封容器，该密封容器的构造和安装可以在其中收集液体和液体冷凝物。更多方面包括与密封容器保持流体连通的泵，其用于将收集的液体从其中泵送出去；与泵保持流体连通的过滤器；与过滤器保持流体连通的急冷器，该急冷器的构造和安装可以将流过其中的液体急
- 25       冷，急冷器分别与各喷雾冷凝器和级间冷凝器保持流体连通，而且其中由急冷器急冷的液体分别流向喷雾冷凝器和级间冷凝器；与急冷器保持流体连通并且其构造和安装可以依照要求选择性地将急冷的液体送至其他用户的控制阀；其构造和安装可以分别从喷雾冷凝器、级间冷凝器、以及真空泵收集、过滤、急冷液体和液体冷凝物，并将急
- 30       冷的液体分别再分配到喷雾冷凝器和级间冷凝器的液体收集和急冷系统。

因此，从最终缩聚反应釜收集流体的方法包括将至少来自反应器

中压缩聚真空区和低压缩聚真空区的流体分别通入与各中和低压真空区保持密封流体连通的单个喷雾冷凝器中，并用与级间冷凝器保持流体连通的真空泵汲取该流体使之通过与喷雾冷凝器保持流体连通的级间冷凝器。本方法另外的方面包括将来自低压缩聚真空区的流体通入

5 喷雾冷凝器的底部部分，并将中压缩聚真空区的流体通入喷雾冷凝器间隔开的顶部部分；令来自喷雾冷凝器顶部部分的流体流到级间冷凝器；令来自喷雾冷凝器顶部部分的流体流过与喷雾冷凝器和级间冷凝器保持流体连通的第一EG喷嘴；令来自低压缩聚真空区的流体通过分别与低压缩聚真空区和喷雾冷凝器保持流体连通的第二EG喷嘴；在与

10 各喷雾冷凝器和级间冷凝器保持流体连通的密封容器中收集来自喷雾冷凝器和级间冷凝器的液体和液体冷凝物；过滤并急冷在密封容器中收集的液体，并将急冷的液体分别返回喷雾冷凝器和级间冷凝器；选择性地至少一部分急冷的液体依照要求流过至少一个与之保持流体连通的

15 控制阀以用于其它地方；和使来自高压真空区的流体流入与真空泵保持密封流体连通的第二喷雾冷凝器。

### 吸附塔系统

在一些实施方案中，可能希望用吸附塔替代蒸馏塔。吸附塔可以使用热的惰性气体进行脱附。惰性气体是在现场条件下不与反应物

20 反应的任何气体。热气脱附生成具有极低浓度水的乙二醇，这会改善酯交换或酯化转化。在一个方面，至少一种反应物是二醇化合物且其中至少一部分二醇化合物作为蒸汽、液体、或同时以蒸汽和液体的形式从工艺中取出，并送去吸附系统以选择性地回收二醇化合物。

如图19所示，来自工艺的流体被送到第一吸附塔182。被送到第一

25 吸附塔182的工艺流体通常包括蒸汽，液体或其混合物。该工艺流体通常来自酯化工艺排出的蒸汽流，液体来自缩聚及其他物流，如泵冲洗、泵密封、真空泵、蒸发器冲洗、中间冷凝器、等等。工艺流体物流持续进入第二吸附塔直到希望回收的组分穿透床层。所有先前离开吸附塔的工艺蒸汽流体被送到HTM炉以通过管线184焚烧。此时，底层

30 饱和。

吸附的使用减少了塔、设备、罐、搅拌器、泵、等等，并且在一个实施方案中代之以几个简单的大管道或罐、压缩机、和两个换热器。

吸附因为不像蒸馏塔那样需要回流从而能够节省能源(蒸馏塔通常具有等于产物排出速率的回流率)。吸附优于蒸馏的另一个优点是二醇将会更纯,这导致产物中副产物更少,比如DEG降低和着色更少。同样,酯交换或酯化反应器中副产物减少,比如酯化反应器中的水。水对反应器可能有显著的影响,因此,酯化反应器可以更小。

工艺流体作为物流189进入吸附塔床层181,并以物流190流出。物流190具有连续监测仪器(如FTIR(傅里叶变换红外线分析),但是根据经验单一波长应当是适当的,而且在实践之后可以用计时器进行切换,并且可以用手动抓取样品完成检测),这些仪器在待保存组分流出床层时会有显示。在希望的组分流出之前,所有其他组分均通过物流190送至物流184。物流184进入热破坏装置如传热介质炉,热氧化炉,催化氧化器,等等。一旦床层181被加载且希望的组分是排出流190,则将工艺流体送入下一个吸附床层。

为了使用同一张图,床181现在显示为部分加载床,其通过来自反应器的物流189加载。床182是前段中所述的满载床层。床183是完全解吸床。床181如第一段所述进行加载。床182具有惰性气体热流,如氮气,二氧化碳,氩气,等等,这一热流由来自加热该物流的换热器188的物流191供料。可能使用任何方便的热源如水蒸汽,电力,热气或蒸汽,热的液体如传热介质,等等。还可以在冷凝器物流187,191,192,193与物流199之间交换热量。可以使用传统的空气对空气热交换器以及固定床交换器。惰性气体物流的驱动力来自压缩机或鼓风机186,不过也可以与惰性补给物流197一同使用喷射嘴装置。组分186进口压力通过添加惰性的197和再循环物流195保持。

进入床182内的热惰性气体解吸床层中的组分。或者,可以使用水蒸汽或其他热的可冷凝的蒸汽,但是这会使排出流的纯度降低并且需要为物流提供另外的分离设备。本领域技术人员会控制物流191的流量和温度以精确地解吸床182,将解吸组分分离为高纯度离散的脉冲。物流192中的这些脉冲通过类似用于物流190的装置进行监测。如果不希望的组分从床182脱除并进入物流192,则三通阀或多个两通阀被切换并将物流192通过物流198输送,经由物流184到热氧化装置。或者,物流192可以通过未冷却的冷凝器185并行进到物流184进行热氧化。如果希望的组分从床182中脱除进入物流192,则将阀切换并使物流192行进

到物流199并进入冷凝器185。冷凝器185可以用空气、冷冻水、冷冻气体、通过膨胀冷却方式、或其他适当手段冷却。经过冷却的物流199将低于饱和温度而希望的组分，并会从物流中以液体形式冷凝下来。物流187中的液体被导入用于产物的适当的贮藏容器。只要物流192又含有不希望

5 的组分，则将阀再次切换以使物流192进入热氧化装置。这种在希望和不希望组分之间的切换过程连续进行直到床182被完全解吸。然后床182进入待用状态。

物流193中来自冷凝器185的气体将含有希望的待回收组分，但是低于冷凝器185的饱和温度。因此，物流193被送到完全解吸的床183。

10 床183吸附洁净的希望组分物流193。物流193以物流194的形式流出床183。物流194以物流195的形式被导回鼓风机或压缩机186。物流197添加补给惰性气体以使压缩机186保持恒定的入口压力。

一旦床181饱和而床182之前已经解吸，就对床进行功能循环。循环中床181代替床182。床182代替床183。床183代替床181。在第二阶段，床181将解吸，床182将捕获来自冷凝器185的希望组分。床183将被反应器蒸汽饱和。一旦床181解吸而床183饱和，就开始下一个阶段。

15

根据系统尺寸和待生成的产物，可能需要进一步的增强。对于每一个功能来说，可能需要多个吸附床，以及多个冷凝器、压缩机、加热器、和换热器。来自反应器的物流189可以在进入床181之前冷却，

20 以改善床的吸附容量。

### 齿轮泵的消除

大多数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。泵用于克服两个反应器之间的压降，因为压差不足以提供需要的流率。泵还用作计量装置，用来为后缩聚反应器的稳定运行提供等速流。一些工艺的构造已经使预聚物反应器处在较后缩聚器更高的高度以提供必要的压差。这些装置放弃了对后缩聚器的等速流。

25

管式反应器系统在缩聚系统中不需要泵，因为管道的设计固有地提供了将物质移动到装置下一个部分要求的压力。另外，管式反应器没有会使系统将因齿轮泵衰减而发生紊乱的液位或压力控制系统。管式反应器衰减了进口的扰动。因为管道系统在没有另外的衰减的情况下提供了等速流，并且提供了为反应器各段之间提供流动所必需的静

30

压头，故它在缩聚部分中不需要齿轮泵。

### 酯化管式反应器和缩聚管式反应器的结合

以上就酯化和缩聚的工艺和设备所列举的各个部分适用于，并且  
5 可用于下文提及的组合和改进的实施方案。

如图6、17a、和17b所示，本发明两个主管式反应器段可以结合成一个集成单元。图17A示出本发明的一个实施方案。酯化反应器和缩聚反应器均为管式反应器。反应物质贮藏在罐221中并从那里进料。在优选实施方案中，固体PTA直接注入再循环管道224。反应物质从罐221  
10 行进到处于称重室223上的固体计量装置222。固体PTA进入再循环管道224，在那里与来自酯化反应器227的通过管线230循环的反应单体混合。混合物进入换热器226并在那里被加热。然后混合物被送到管式反应器227。部分反应混合物循环回管线230中至泵225的流入口。另外的液体添加剂，如反应物，可以通过管线240优选送入泵225的流入口。  
15 泵225的排出液通过降压装置246送料以便于将固体PTA从罐221送料。酯化反应器可以在管线231和232处排空。蒸汽优选送去精制。图17b不同于图17a之处在于存在另外的排出管线229。在一个方面，排出管线229位置刚好在再循环三通之前，如图17b所示，以使，在某些方面，从工艺中除去水。反应混合物的其他部分流过另外的酯化工艺管式反  
20 应器228。然后来自酯化工艺的排出液任选与另外的液体添加剂在234混合，通过换热器233进料，然后被送到缩聚反应器235、236、和237。排出液，或完全的聚酯或聚合物，通过齿轮泵238送料并在239流出系统。PET和PETG工艺中的压力，特别是真空，可以用放空或真空集管243、244、和245控制。放空或真空集管243-245可以喂料到氧化器，  
25 如HTM炉，焚烧炉，热氧化炉。酯化段或区(E1/E2)与缩聚段或区(P1/P2/P3)之间的压差可以用压差装置，如料封管247控制，而各缩聚段235、236、和237之间的压力则可以用压差装置，如各自在241和242处的料封管控制。在备选实施方案中，循环流入液不是来自酯化工艺，而是可以来自缩聚工艺，例如作为排出液239的滑脱排出物流(图中未  
30 示出)。这可以提高液体聚合物的均匀性。

本领域技术人员还将理解，本发明的反应器可用于构造新的装置，并提高或改善现有设备或增加生产能力。管式反应器可用于替代

或可以插入到现有设备出现技术或容量限制的一个段或多个段中。在一个方面，酯化、缩聚、或两个管式反应器设备的构造和安装均与用于制备聚酯单体或聚合物的传统反应器保持流体连通。例如，图5示出可能的结构，其中第二酯化反应器212不具有足够的体积以将缩聚反应器213注入至满载容量。在这种情况下，管式反应器214可以添加在第一和第二酯化反应器(分别为211和212)之间。如果第一缩聚反应器213需要额外的停留时间，可以在第一缩聚反应器的顶部安装管式反应器215。类似地，可以添加套管来提高蒸发面积以降低液体雾沫夹带。从系统中除去的蒸汽通过管线216和217取出。可以添加另外的管来提高传热面积。这些管道改进可以在装置运行中安装(管道甚至可以安放在外壁以具有足够的安装空间)，除了在两个端口联入时。然后在短暂的停工期间，进行端口联入，有效地增加了生产能力或使生产性能得到增强。这些管式反应器改进可以与现有设备CSTR或其他类型常规反应器保持串联或并联。如果管式反应器改进与常规反应器并联，则各管式反应器和常规反应器均可以选择性地操作，从而或者一次只有一个反应器在操作，或者两个反应器同时操作。

替代地，管式反应器改进可以替代现有反应器。在一个实施方案中，提供聚酯生产系统，其包括对包括常规聚酯反应器的常规聚酯工艺进行改造的本发明管式的反应器，其中在生产系统中已经不再使用常规反应器。在又一个方面中，提供用管式反应器改造常规聚酯工艺的方法，其包括(a)用本发明的管式反应器改造包括常规聚酯反应器的常规聚酯工艺；和(b)从工艺中停用常规反应器。用于本文时，常规工艺的停用指避免流体流向常规工艺，方法是，例如，在常规反应器的进口上游及出口下游提供阀并用阀关闭常规工艺或从工艺系统中将常规反应器的进口和出口断开。

本发明所述工艺和设备中，可以有一个以上的酯化段或区和/或一个以上的缩聚段或区。这些多个反应器可以处于串联或并联。

先前部分叙述了用于设计本发明管式反应器系统的参数。对于大型装置，不可能得到足够大的建造反应器并满足所述参数的管径。对于这样的装置，可以并联操作多个管式反应器。可以在区内或区之间不同位置上安装并结合多个并联的管式反应器。为将成本减到最少，反应器起始段可以在分开之前混合在一起。这样可以避免购买额外的

供料系统。蒸汽管线可以全部通向同一个真空序列。缩聚反应器可以共用同一个真空和冷凝系统。由此，仅有的辅助设备以及发生的成本就是所需的额外管道。

在另一个实施方案中，单一管式反应器从最初的预单体反应物制备聚酯聚合物。在该管式反应器中，用于制备单体的反应物被送进一端而聚酯聚合物在另一端排出。这特别可用于不具有单独的酯化和缩聚步骤的聚酯工艺。在本实施方案中，上述关于单独的酯化和缩聚反应器和工艺的方面适用于这一单一管式反应器工艺，如堰的使用，蒸汽脱除和液体分离，管式反应器的几何取向，等等。

因此，在一个方面，管式反应器分成多个基本上平行流动的在其进口和出口之间延伸的管路，且其中流过管式反应器的反应物在流过反应器时通过多个流动导管之一。在又一个方面中，至少提供两个独立的酯化管式反应器，各自制备相同或不同的聚酯单体，且其中流出各酯化管式反应器的聚酯单体流体被导入缩聚管式反应器的第一末端。在又一个方面中，至少提供两个独立的缩聚管式反应器，各自制备相同或不同的聚酯聚合物，且其中流出各酯化管式反应器的各聚酯单体物流被导入至少一个各缩聚管式反应器的第一末端。在又一个方面中，酯化管式反应器包括具有公用进口、彼此并联放置的多个酯化反应器。在又一个方面中，缩聚管式反应器包括具有公用的第一末端、彼此并联放置的多个缩聚反应器。在该实施方案中，可以向多个缩聚反应器中的至少一个但不是所有的缩聚反应器当中添加共反应物，由此制备至少两种不同的聚酯产物。

#### 本发明一些预期的优点

本发明一个好处是本设计允许反应器被构造在含有干扰的区域中。管道的装配可以围绕塔，横梁，其他管道，其他反应器，蒸馏塔，等等。

同样，本发明多个实施方案不需要压力或液位控制。酯化或酯交换反应器底部的压力由因摩擦引起的压降、由反应器液体物料产生的静水头、以及离开反应器的蒸汽管线上的背压控制。因为目的是将反应器中的压力降低到指定的压力分布，因此，反应器管道被配置得可以产生该分布。这消除了用阀控制压力的需要。但是可以控制蒸馏或

蒸汽排汽压力并将这一压差加到整个酯化或酯交换反应器上。

5 常规聚合序列的几乎每一方面都因本发明的管式反应器得到大大简化。所需的仪表设备、阀以及控制回路被大大减少，泵、反应器搅拌器、反应器螺杆、以及相关密封系统被取消。如果再循环群中使用了一个泵，那么，除了泵，本发明的管式反应器系统具有极少或甚至没有活动部件。从装置中减少和消除这些组分大大地减少了所需的计算机和控制设备、投资费用、维修费用以及动力消耗的量。管式反应器可以不带垫片焊接，这减少了反应器的排放和漏入反应器中的空气泄漏，由此改善了产品质量。设备和控制系统的大幅度削减还使操作成本降低。

10 本发明管式反应器的构造和安装时间可以少于反应器容器。管道可以采购或现场预制。管式反应器尺寸的设计可以使反应器段用标准卡车、船运集装箱、卡车、等装运，不会带来昂贵的且缓慢的超大或超重装船许可。预制使得可以进行模块化的装置设计，其中管道可以建造、测压、并与采购隔离，减少了现场建造时间并降低了成本。

15 本发明聚酯管式反应器设计中需要的液体体积基本上低于常规聚酯工艺。另外，所产生特定的副产物的量可以通过使用本发明的管式反应器设计而大大减少。在本发明的一个方面，其中用于制备PET，本发明最终制得的产品中DEG杂质的量可以达到低于1.2wt%，在又一个方面，低于或等于1.0wt%，在又一个方面，为0.74-1.0wt%。这与用于制备PET的典型的常规工艺形成对照，其中DEG杂质含量的典型值为1.2wt%到2.0wt%。事实上，在最终产物中DEG杂质量的减少可以用与本发明聚酯管式反应器设计可达到的液体体积的急剧减少同时实现。

## 25 实施例

以下实施例的提出是为了给普通技术人员提供完全的公开以及本发明权利要求中化合物、组合物、制品、装置和/或方法是如何制备并评估的描述，并纯粹是为了示例说明本发明而不想限制发明人所认为的其发明的范围。已经努力确保数字(例如，量，温度，等等)的准确性，但是应当说明有一定的误差和偏差。除非另行指出，份数是重量份，温度是℃或环境温度，压力处于或接近大气压。

对下文数据使用ASPEN模型。如果在实施例中提到ASPEN模型，它

是ASPEN 10.2, service patch 1, 具有Polymers Plus, 和ASPEN的PET Technology, 除非下文注明。酯化反应器的模型是使用串联的5个CSTR反应器模型继之以活塞流模型。

#### 实施例1

- 5 使用ASPEN模型, 计算用于各PET和PETG的管式反应器系统的示例性的管道长度和换热面积。结果示于下表1中。

表1

|             |                 | 酯化   | 缩聚       |            |            |
|-------------|-----------------|------|----------|------------|------------|
| 管径          | in              | 14   | 12       | 14         | 16         |
| PET装置管长     | ft              | 733  |          | 1775<br>1段 | 1905<br>2段 |
| PET装置换热器面积  | ft <sup>2</sup> | 2200 |          | 2000       |            |
| PETG装置管长    | ft              | 79   | 75<br>1段 | 255<br>2段  | 680<br>3段  |
| PETG装置换热器面积 | ft <sup>2</sup> | 2200 |          | 1900       |            |

#### 实施例2

聚酯管式反应器设计需要的液体体积基本上低于常规聚酯工艺。

- 10 例如, 运行ASPEN模型以比较每年300百万磅PET瓶的装置。结果列在下表2中。

表2

|       |                     |
|-------|---------------------|
| 酯化    |                     |
| 标准装置  | 100m <sup>3</sup>   |
| 管式反应器 | 8.4m <sup>3</sup>   |
| 减少率%  | 92%                 |
| 缩聚    |                     |
| 标准装置  | 35.6m <sup>3</sup>  |
| 管式反应器 | 14.2m <sup>3</sup>  |
| 减少率%  | 60%                 |
| 全装置   |                     |
| 标准    | 135.6m <sup>3</sup> |
| 管式反应器 | 22.6m <sup>3</sup>  |
| 减少率%  | 83%                 |

实施例3-7

运行不同ASPEN模型以确定用于本发明不同聚酯操作条件与运行结果。如下表所注明的，模型基于本发明图17a或17b的设备。通过将0.25克聚合物溶解于50ml溶剂中而测量特性粘度(I.V.)，溶剂由60wt%的苯酚和40wt%的1,1,2,2-四氯乙烷组成。在25℃下进行测量，参照ASTM D 5225，"Standard Test Method for Making Solution Viscosity of Polymers with a Different Viscometer"，或者使用Viscotek Differential，或者使用Modified Differential Viscometer。实施例3-7结果分别示于下表3-7中。

10

表3

| HOMO PET - 瓶用聚合物      |               |      |      |      |
|-----------------------|---------------|------|------|------|
| 循环率                   | 5份单体对1份PTA，重量 |      |      |      |
| 生成速率                  | 300百万磅/年      |      |      |      |
| EG与PTA进料摩尔比           | 1.6           |      |      |      |
| 反应器（见图17a）            | 酯化            | 缩聚区1 | 缩聚区2 | 缩聚区3 |
| 温度（℃）                 | 296           | 296  | 296  | 296  |
| 压力(psig)              | 10降至2         |      |      |      |
| 压力(托 abs)             |               | 61   | 10   | 0.5  |
| 液体体积（m <sup>3</sup> ） | 16.2          | 3.7  | 3.3  | 9.9  |
|                       | E1            | P1   | P2   | P3   |
| 12英寸管（ft）             | 632           | 253  |      |      |
| 14英寸管（ft）             |               | 935  | 830  |      |
| 16英寸管（ft）             |               |      |      | 1875 |
| 换热器(ft <sup>2</sup> ) | 2200          | 2200 |      |      |
| 最终产物                  |               |      |      |      |
| IV                    | 0.60dL/g      |      |      |      |
| DEG                   | 0.78wt%       |      |      |      |
| 酸端                    | 每一百万克33摩尔当量   |      |      |      |
| 乙烯基端                  | 每一百万克1.5摩尔当量  |      |      |      |

表4

| PETG共聚酯 (20.5wt%的CHDM) |                 |      |      |      |     |
|------------------------|-----------------|------|------|------|-----|
| 循环率                    | 10份单体对1份PTA, 重量 |      |      |      |     |
| 生成速率                   | 95百万磅/年         |      |      |      |     |
| EG与PTA进料摩尔比            | 3.5             |      |      |      |     |
| 反应器 (见图17a)            | 酯化              | 缩聚区1 | 缩聚区2 | 缩聚区3 |     |
| 温度 (°C)                | 255             | 255  | 275  | 275  |     |
| 压力 (psig)              | 47降至25          |      |      |      |     |
| 压力 (托 abs)             |                 | 120  | 5    | 0.5  |     |
| 液体体积 (m <sup>3</sup> ) | 4.6             | 4.0  | 5.0  | 3.2  |     |
|                        | E1              | P1   | P2   | P3   |     |
| 12英寸管 (ft)             | 213             | 85   |      |      |     |
| 14英寸管 (ft)             |                 |      | 201  | 254  |     |
| 16英寸管 (ft)             |                 |      |      |      | 680 |
| 换热器 (ft <sup>2</sup> ) | 2000            |      | 2000 |      |     |
| 最终产物                   |                 |      |      |      |     |
| IV                     | 0.75dL/g        |      |      |      |     |

表5

| HOMO PET - 瓶用聚合物       |                |      |      |      |
|------------------------|----------------|------|------|------|
| 循环率                    | 5份单体对1份PTA, 重量 |      |      |      |
| 生成速率                   | 300百万磅/年       |      |      |      |
| EG与PTA进料摩尔比            | 1.6            |      |      |      |
| 反应器 (见图17b)            | 酯化             | 缩聚区1 | 缩聚区2 | 缩聚区3 |
| 温度 (°C)                | 296            | 296  | 296  | 296  |
| 压力 (psig)              | 10降至2          |      |      |      |
| 压力 (托 abs)             |                | 11   | 10   | 0.5  |
| 液体体积 (m <sup>3</sup> ) | 8.4            | 1.7  | 27   | 9.8  |
|                        | E1             | P1   | P2   | P3   |
| 12英寸管 (ft)             | 318            | 127  |      |      |
| 14英寸管 (ft)             |                | 630  | 1005 |      |
| 16英寸管 (ft)             |                |      |      | 1875 |
| 换热器 (ft <sup>2</sup> ) | 2000           | 2000 |      |      |
| 最终产物                   |                |      |      |      |
| IV                     | 0.60dL/g       |      |      |      |
| DEG                    | 0.94wt%        |      |      |      |
| 酸端                     | 每一百万克35摩尔当量    |      |      |      |
| 乙烯基端                   | 每一百万克1.5摩尔当量   |      |      |      |

表6

| HOMO PET - 纤维聚合物       |                |      |      |      |
|------------------------|----------------|------|------|------|
| 循环率                    | 5份单体对1份PTA, 重量 |      |      |      |
| 生成速率                   | 300百万磅/年       |      |      |      |
| EG与PTA进料摩尔比            | 1.6            |      |      |      |
| 反应器 (见图17b)            | 酯化             | 缩聚区1 | 缩聚区2 | 缩聚区3 |
| 温度 (°C)                | 296            | 296  | 296  | 296  |
| 压力 (psig)              | 10降至2          |      |      |      |
| 压力 (托 abs)             |                | 11   | 10   | 0.5  |
| 液体体积 (m <sup>3</sup> ) | 8.4            | 1.9  | 2.4  | 7.7  |
|                        | E1             | E2   | P1   | P2   |
| 12英寸管 (ft)             | 313            | 125  |      |      |
| 14英寸管 (ft)             |                |      | 704  | 893  |
| 16英寸管 (ft)             |                |      |      | 1473 |
| 换热器 (ft <sup>2</sup> ) | 2000           | 2000 |      |      |
| 最终产物                   |                |      |      |      |
| IV                     | 0.55dL/g       |      |      |      |
| DEG                    | 0.94wt%        |      |      |      |

表7

| PETG共聚酯 (20.5wt%的CHDM) |                 |      |      |      |
|------------------------|-----------------|------|------|------|
| 循环率                    | 10份单体对1份PTA, 重量 |      |      |      |
| 生成速率                   | 95百万磅/年         |      |      |      |
| EG与PTA进料摩尔比            | 3.5             |      |      |      |
| 反应器 (见图17b)            | 酯化              | 缩聚区1 | 缩聚区2 | 缩聚区3 |
| 温度 (°C)                | 255             | 255  | 275  | 275  |
| 压力 (psig)              | 47降至25          |      |      |      |
| 压力 (托 abs)             |                 | 120  | 5    | 0.5  |
| 液体体积 (m <sup>3</sup> ) | 2.3             | 2.5  | 5.0  | 3.2  |
|                        | E1              | P1   | P2   | P3   |
| 12英寸管 (ft)             | 106             | 43   |      |      |
| 14英寸管 (ft)             |                 | 125  | 254  |      |
| 16英寸管 (ft)             |                 |      |      | 680  |
| 换热器 (ft <sup>2</sup> ) | 2000            | 2000 |      |      |
|                        |                 |      |      |      |
| IV                     | 0.75dL/g        |      |      |      |

比较表3至表5, 可以观察到以下结果。如果酯化工艺中没有蒸汽分离(表3数据), DEG副产物为0.78wt%, 对比表5数据, 其在反应的酯化段中有蒸汽分离, 产生的DEG副产物为0.94wt%。但是, 酯化系统中具有蒸汽分离时, 液体体积从16.2m<sup>3</sup>减少到8.4m<sup>3</sup>(比较表5与表3)。在酯化工艺过程中除去水, 如表5所示, 可驱动反应向生成单体的方向移动, 但也驱动反应向生成额外的DEG的方向移动。但是, 反应器的液体体积却急速减少。此时, 对于PET, 容积减小超过了DEG形成的增长率且最终产物中DEG仅轻微提高, 然而, 反应器的液体体积却减少几乎50%。预计对于PET生产来说, 这将导致资本投资和营业费用有显著的节约。

另外, 表3和5同时表明, DEG副产物分别为0.78wt%和0.94wt%, 低于使用常规CSTR工艺通常所发现的从1.2到2.0wt%。

此外, 如表3-6所示, 反应器运行温度高于常规CSTR反应器。在示

于表3-6的实施方案中，反应器运行温度为296℃，与常规CSTR反应器形成对照，后者通常在262℃下运行。令人惊讶的是，管式反应器可以高于CSTR的温度运行而不带来DEG生成增多的负作用，如表3-6中最终产物数据所示。可以认为，这归因于同CSTR反应器相比管式反应器停留时间更短。更高的反应温度还通过使得水蒸出并从工艺中排出增多而增强了所述工艺。

#### 实施例8

##### 实验室模型的比较

##### 实验室规模反应器

建造实验室规模的酯化管式反应器以表明实验室设定中PTA和EG的这种酯化。实验室单元由管式反应器组成，该管式反应器由664.75英寸的0.5" 18 BWG不锈钢管制成，由电伴热加热，用1200毫升带搅拌器的接收器接收管式反应器排出物及用作分离区以允许蒸汽脱除，再循环单体齿轮泵将液体低聚物从接收器泵送返回管式反应器进口，PTA/EG浆料供料系统将原料注入再循环回路。通过加入PTA基的CHDM改性(2.5wt%)的低聚物而启动反应器，其中大致96%的转化进入接收器(C-01)中，并以再循环模式用该低聚物填充所述管式反应器。在一定温度下再循环低聚物之后，将PTA/EG浆料原料导入再循环流。反应器达到稳态之后，以等于产物产生率的速率从C-01接收器中取出样品。

对这些样品通过质子NMR分析分析其百分转化率，以确定在管式反应器中进行的反应的程度。使用三氟醋酐方法通过质子NMR确定基于酯的转化率：将10毫克待分析的样品溶入1毫升溶剂混合物中，溶剂混合物为含有0.05%四甲基硅烷(TMS)的氯仿-d/三氟乙酸-d/三氟醋酐，体积比为72/22/8。混合物被加热到50℃并根据需要进行搅拌到待分析样品完全溶解。

将适当量的样品溶液转移到5mm NMR管中并将管封盖。使用64平均信号收集记录质子NMR信号。收集使用600MHz NMR的NMR信号和NMR脉冲序列(给出定量的质子NMR信号)并且将碳13 NMR频率去耦。通过测定修正面积和通过面积及以下计算公式计算酸根至酯基的转化率来分析NMR谱：测定相对于TMS的以下化学位移点之间的面积，并用以下公式计算百分转化率。

面积A=7.92ppm至8.47ppm,

面积B=5.01ppm至4.82与4.77ppm之间的波谷,  
面积C=4.82ppm至4.74与4.69ppm之间的波谷,  
面积D=4.28ppm与4.18ppm之间的波谷至4.10与4.16ppm之间的波谷,

5 面积E = 4.10ppm与4.16ppm之间的波谷至4.0与4.08ppm之间的波谷,

面积F = 8.6ppm至8.9ppm,

面积G=7.55ppm至7.8ppm.

百分转化率= $100 \times (B + (0.5 \times C) + D + (0.5 \times E)) / (A + F + G)$

10 同样用气相色谱分析样品中的DEG质量百分比以确定副反应速率。通过改变浆料进料速率可以看出停留时间与再循环比例的影响。实验室运行结果示于下表8。

表 8

| 实验 | 温度<br>(°C) | 压力<br>(psig) | 循环速率<br>(lbs/hr) | 浆料进料速率<br>(lbs/hr) | 进料摩尔比<br>(EG/PTA) | 测量的<br>转化率% | 测量的<br>DEG重量% |
|----|------------|--------------|------------------|--------------------|-------------------|-------------|---------------|
| 1  | 285        | 0            | 67               | 1                  | 1.8               | 94.2%       | 1.1%          |
| 2  | 285        | 0            | 67               | 1                  | 1.8               | 93.7%       | 1.1%          |
| 3  | 285        | 0            | 67               | 1                  | 1.8               | 92.5%       | 1.4%          |
| 4  | 285        | 0            | 67               | 1.5                | 1.8               | 92.7%       | 1.0%          |
| 5  | 285        | 0            | 67               | 2                  | 1.8               | 90.9%       | 0.6%          |
| 6  | 285        | 0            | 67               | 2.5                | 1.8               | 87.2%       | 0.7%          |
| 7  | 285        | 0            | 67               | 3                  | 1.8               | 64.2%       | 0.2%          |
| 8  | 285        | 0            | 67               | 3.5                | 1.8               | 67.1%       | 0.6%          |
| 9  | 285        | 0            | 67               | 4                  | 1.8               | 51.9%       | 0.3%          |
| 10 | 285        | 0            | 67               | 3.5                | 1.8               | 77.4%       | 0.3%          |

### 模型对比

使用ASPEN模型模拟本实施例中前述实验室设备。在这种情况下，使用具有Polymers Plus的ASPEN 11.1和ASPEN的PET Technology进行模拟，模型配置与实施例1-7中所述的相似。与实施例1-7相比，无论模型配置还是软件均无显著区别。为正确模拟不同实验室条件下PTA在低聚物中的溶解，有时需要在模型中添加溶解动力学。表9显示出三个不包括溶解动力学的模型实验室运行的对比；发现这些运行中，当在实验条件下PTA可以完全溶解时具有合理的精确度。表9还显示了实验室运行的两个对比实施例，其中模型包括了溶解动力学；在这些运行中，当在实验室规模管式反应器的末端存在未溶解的PTA时，包括了溶解动力学的模型与测得的转化率很好地吻合。本文中转化率定义为在反应器出口处测量得到的酯化的液相中活性端基（本文中当使用PTA时为酸）的百分比。

表9

完全溶解的PTA——在模型中没有溶解动力学

| 浆料<br>进料<br>(g/min) | 单体循环<br>(g/min) | 温度<br>(°C) | 浆料摩尔比<br>(EG/PTA) | 未反应的<br>PTA的重量% | 用模型预测<br>的(转化率%) | 测量的<br>(转化率%) |
|---------------------|-----------------|------------|-------------------|-----------------|------------------|---------------|
| 8                   | 507             | 263.2      | 1.8               | 0.00            | 97.053           | 95.170        |
| 8                   | 507             | 253.9      | 1.8               | 0.00            | 96.645           | 93.750        |
| 15                  | 507             | 265.5      | 1.8               | 0.00            | 96.269           | 91.630        |

### PTA没有完全溶解/在模型中有溶解动力学

在本申请全文中，参考了不同的出版物。这些出版物的公开全文引入本文中作为参考以便更完全地描述本发明所适合的现有技术状态。

对于本领域技术人员来说，显然在不背离本发明范围或实质的情况下，可以对本发明进行各种修改和变化。考虑到这里公开的说明书和本发明的实施，本发明其他实施方案对于本领域技术人员来说是显而易见的。说明书和实施例只想被认为仅仅是示例性的，本发明真正的范围和实质由以下权利要求示出。

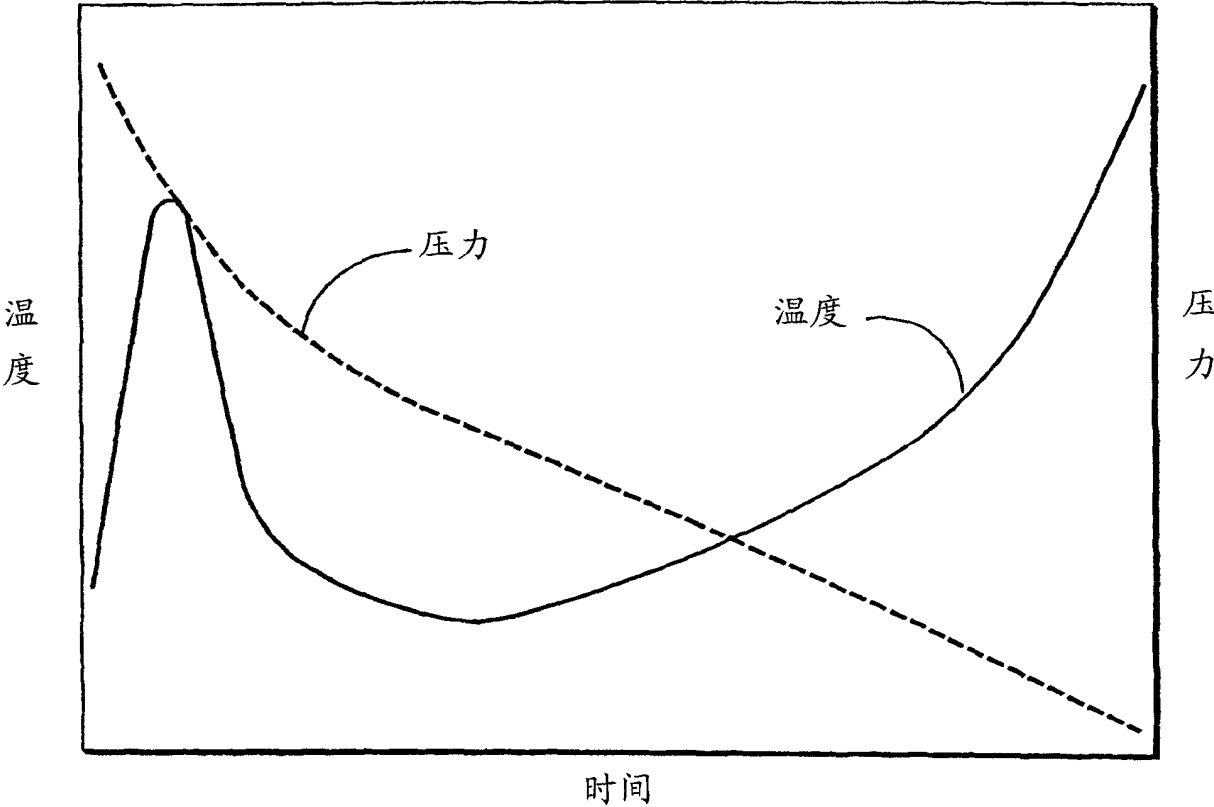


图 1 聚酯反应温度和压力分布图

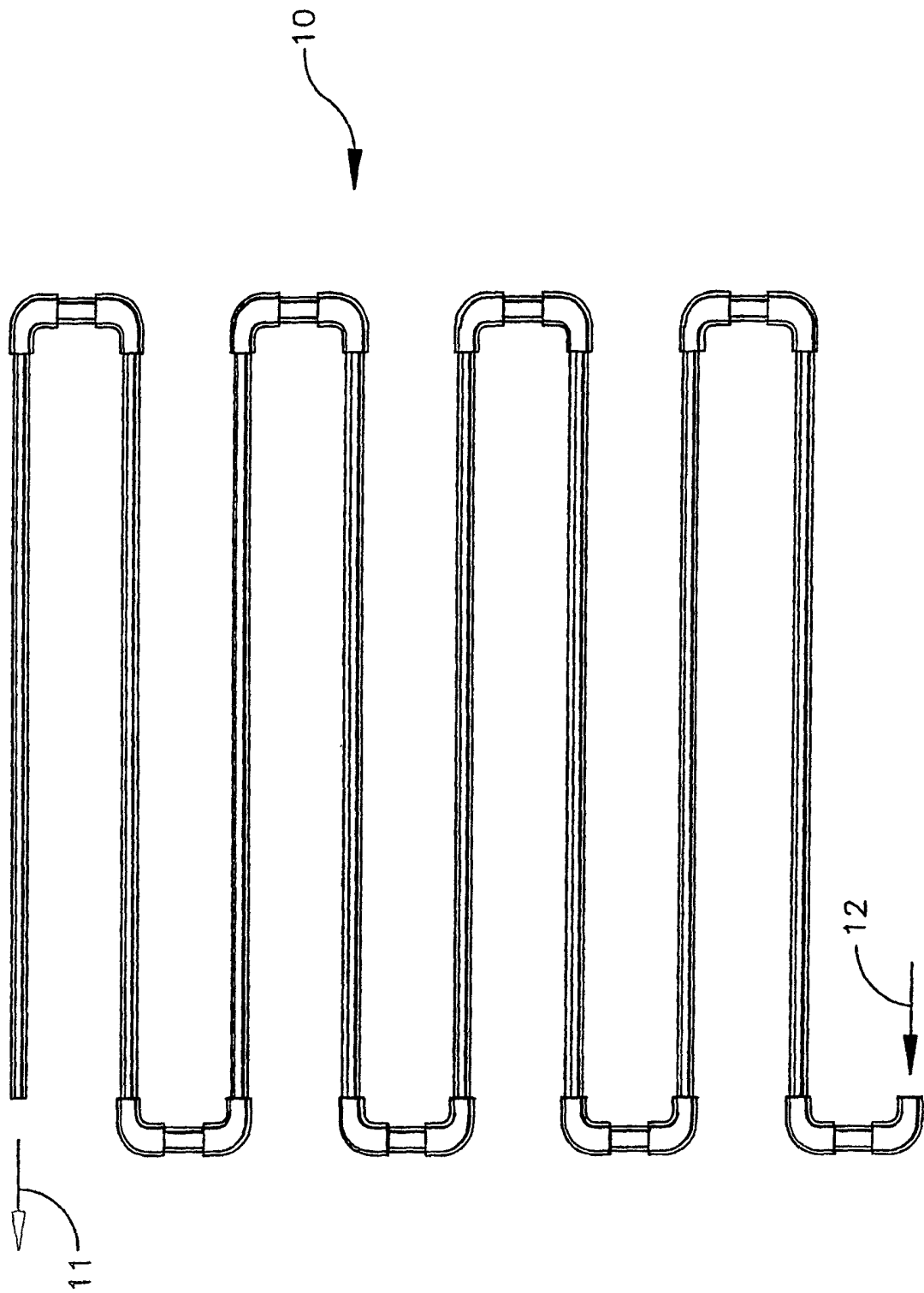


图 2 酯化或缩聚管式反应器

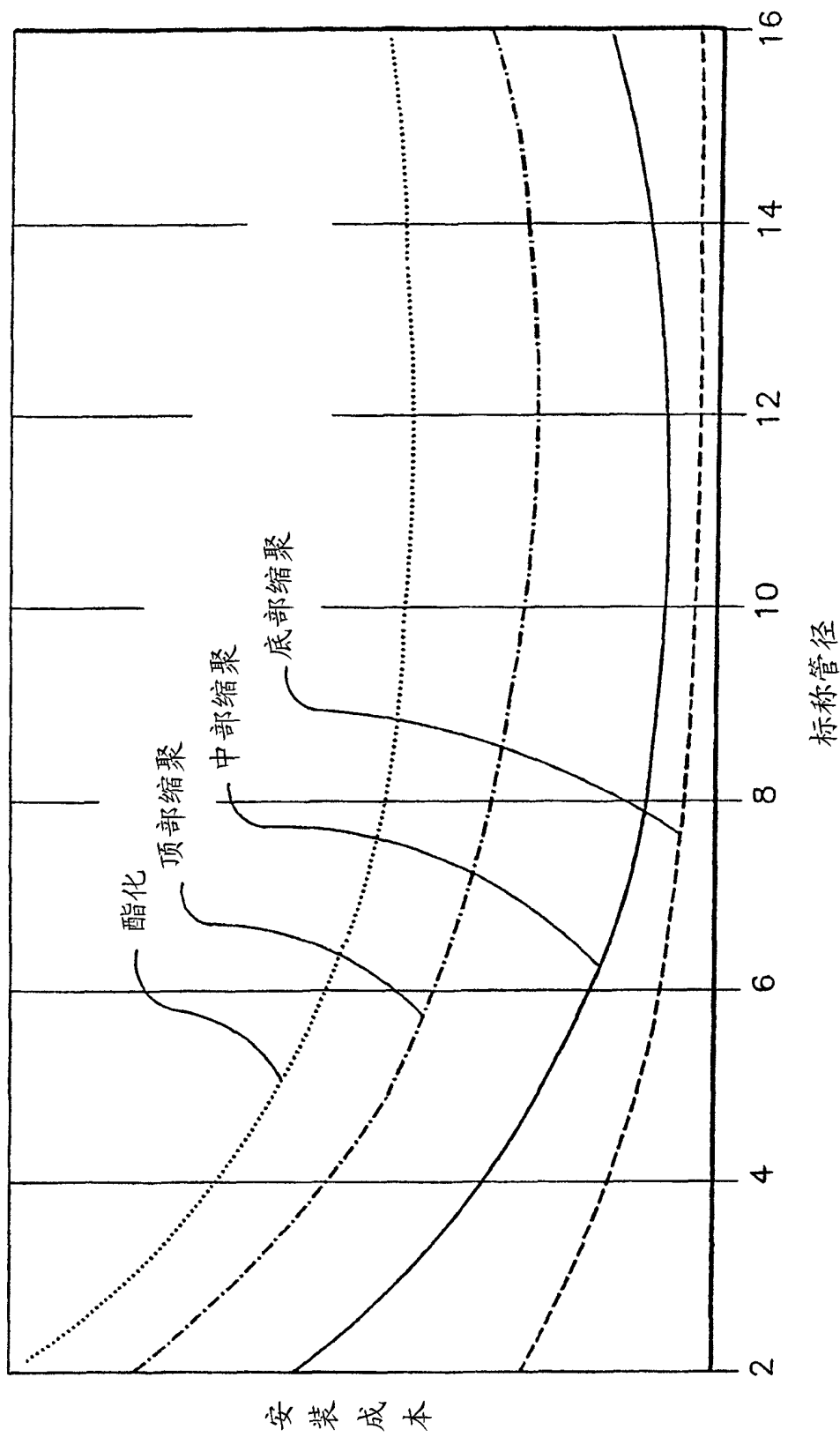


图 3 管式反应器安装成本

酯交换或酯化反应器的顶部,在那里通过进入  
缩聚反应器中的堰控制液位

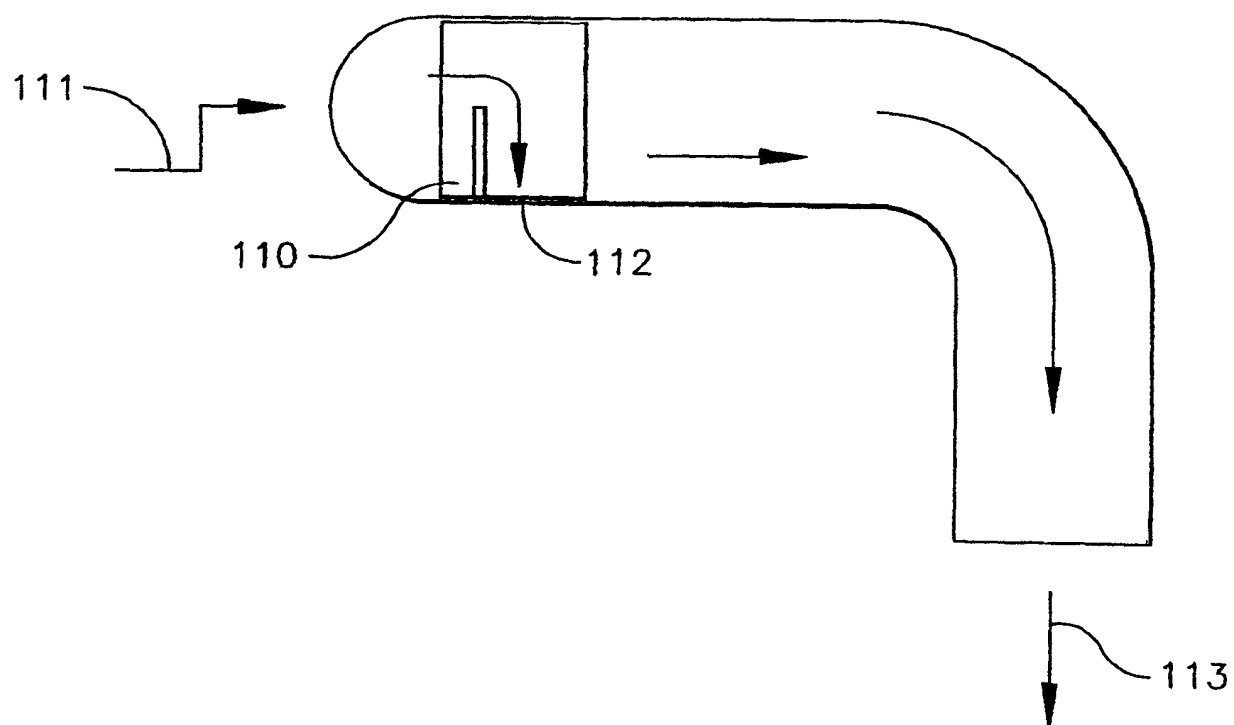


图 4

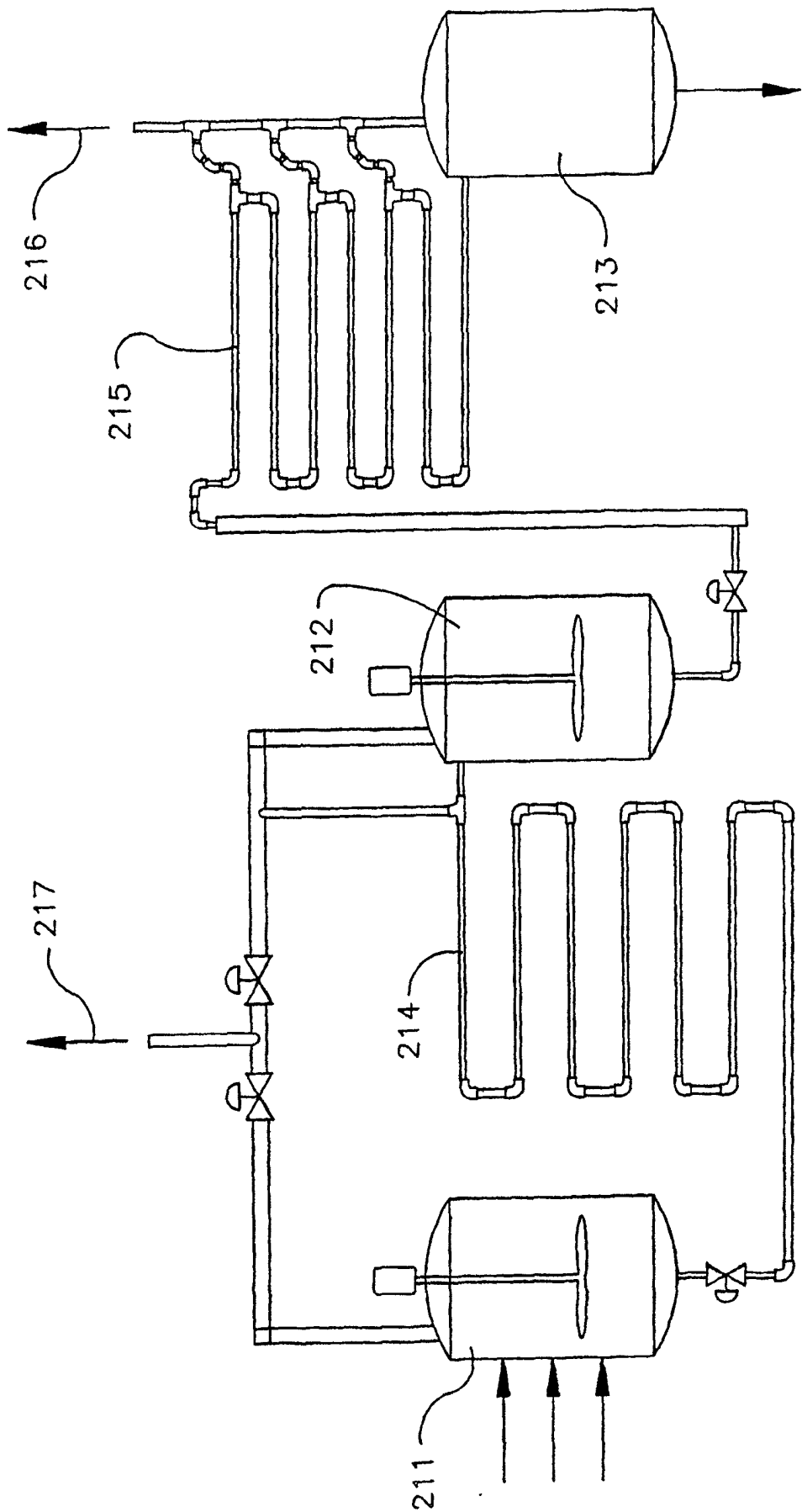


图 5 用管式反应器改进现有管道

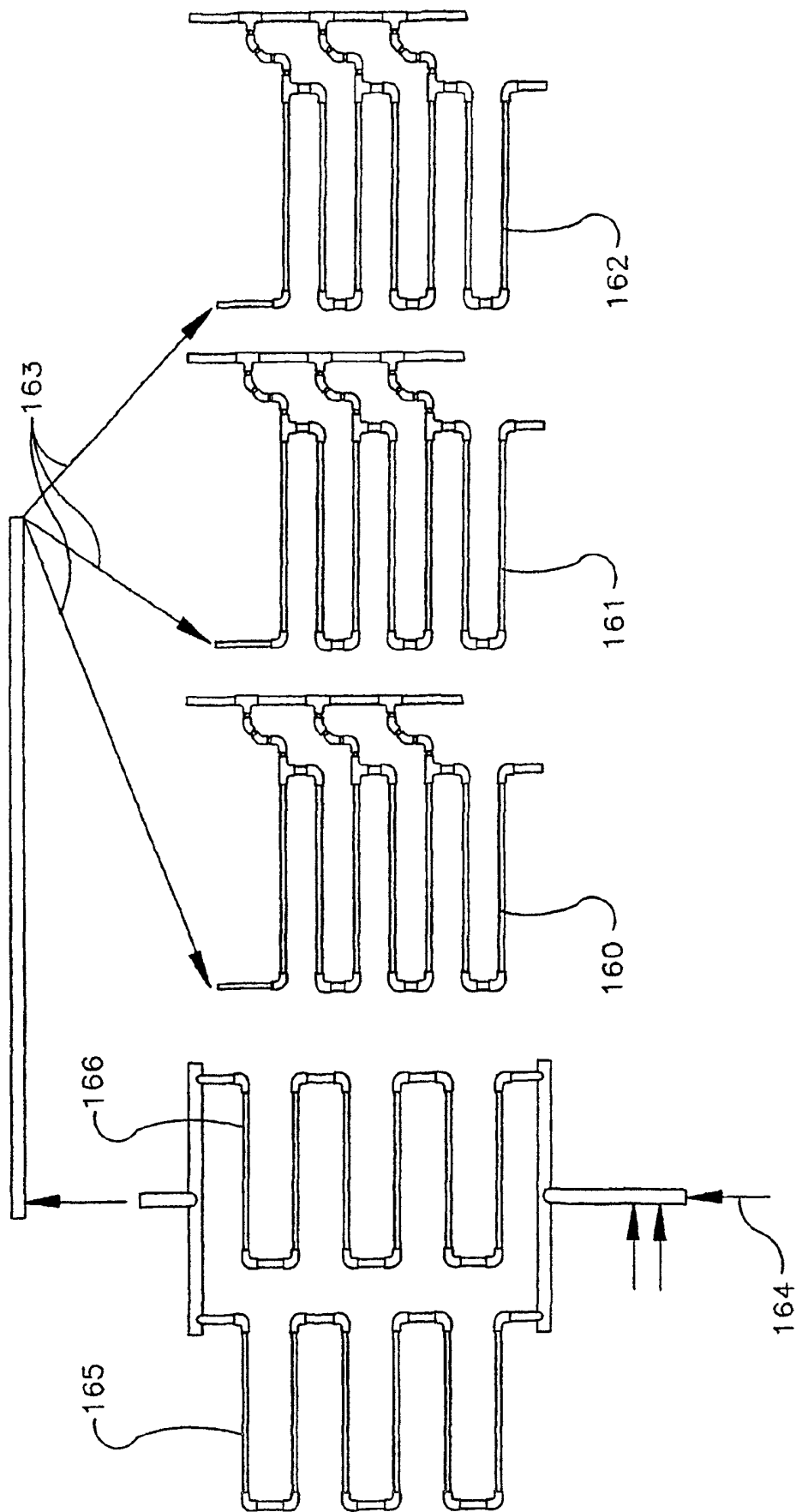
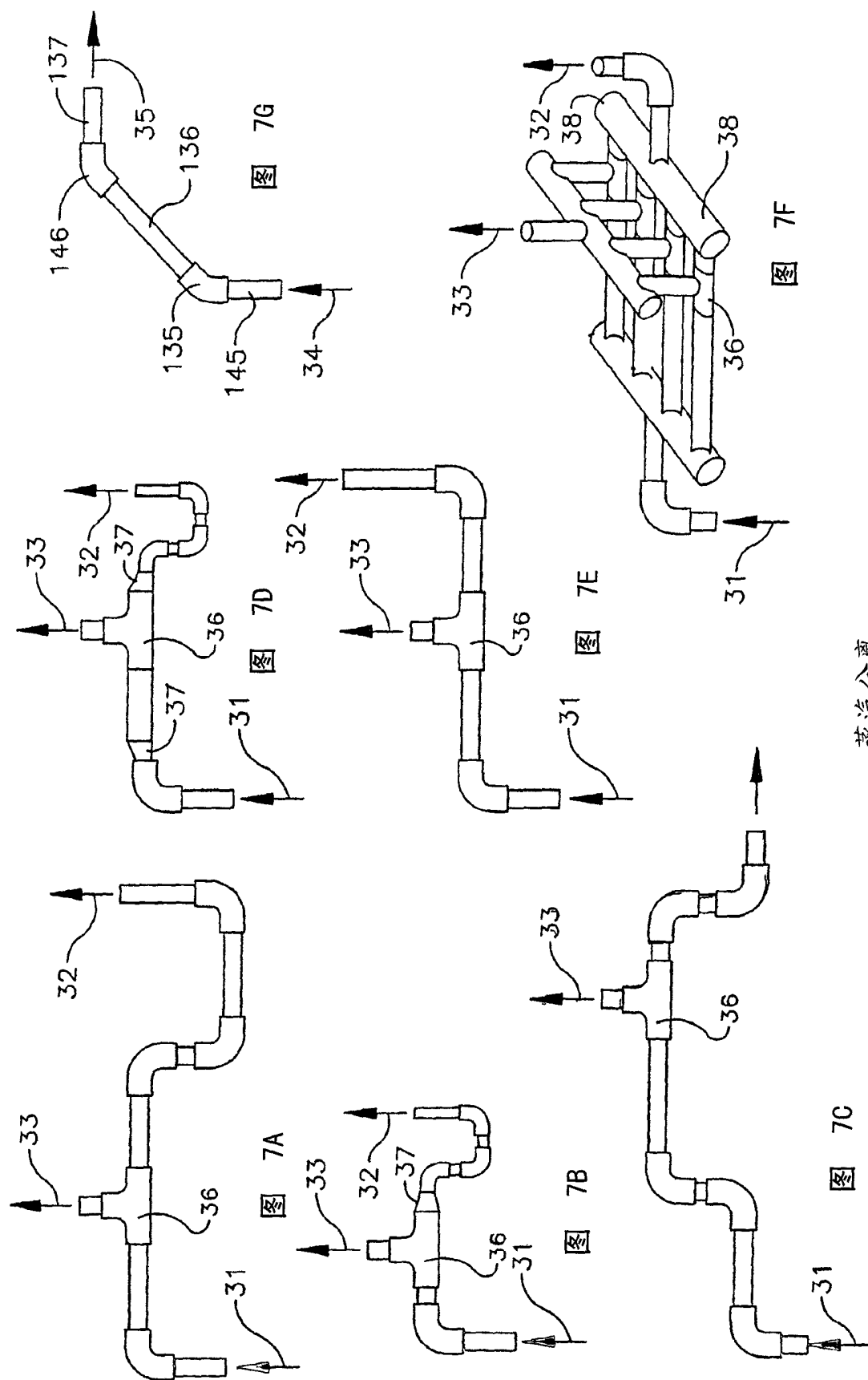


图 6 较大的装置以及多种产品



蒸汽分离

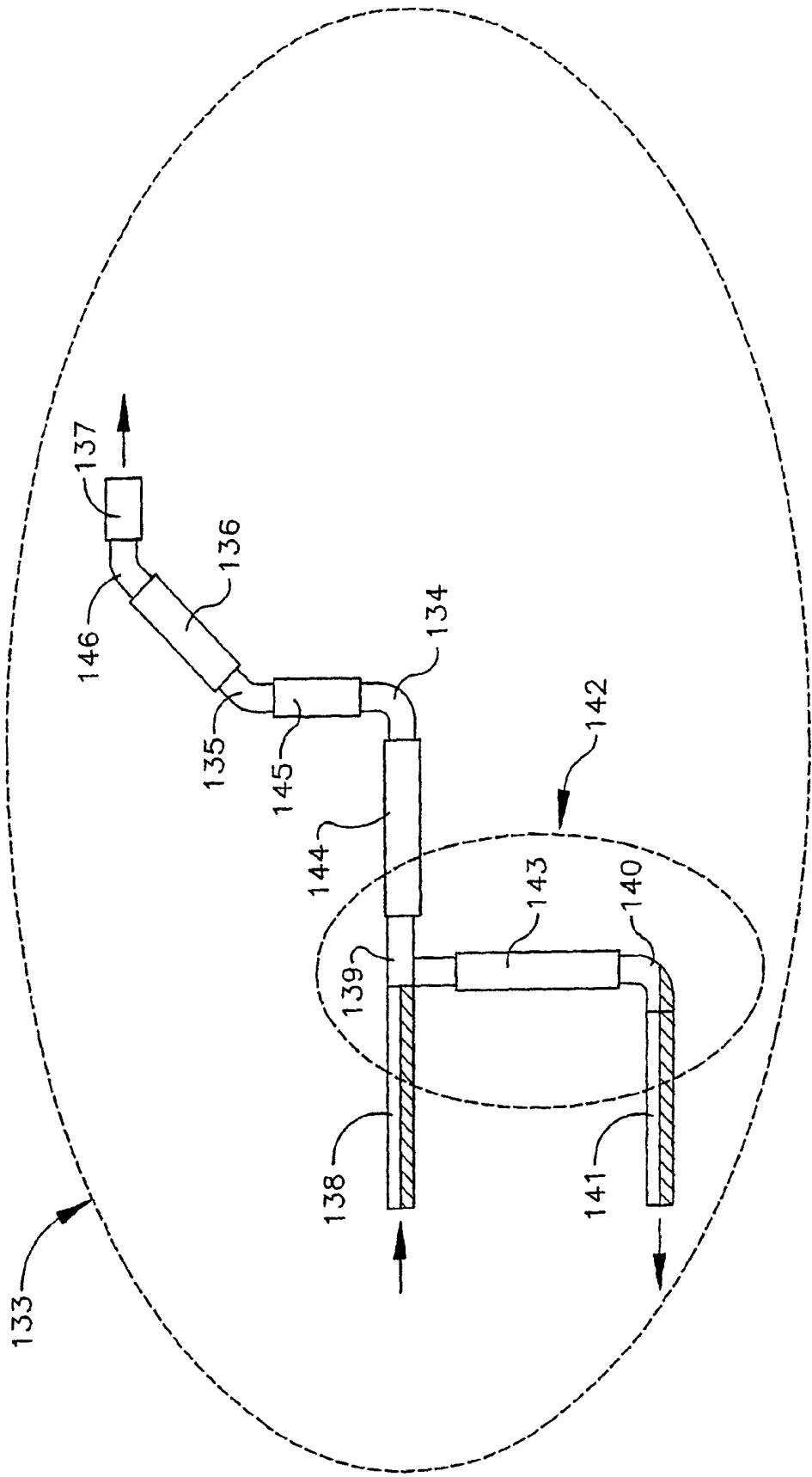


图 8 缩聚蒸汽分离

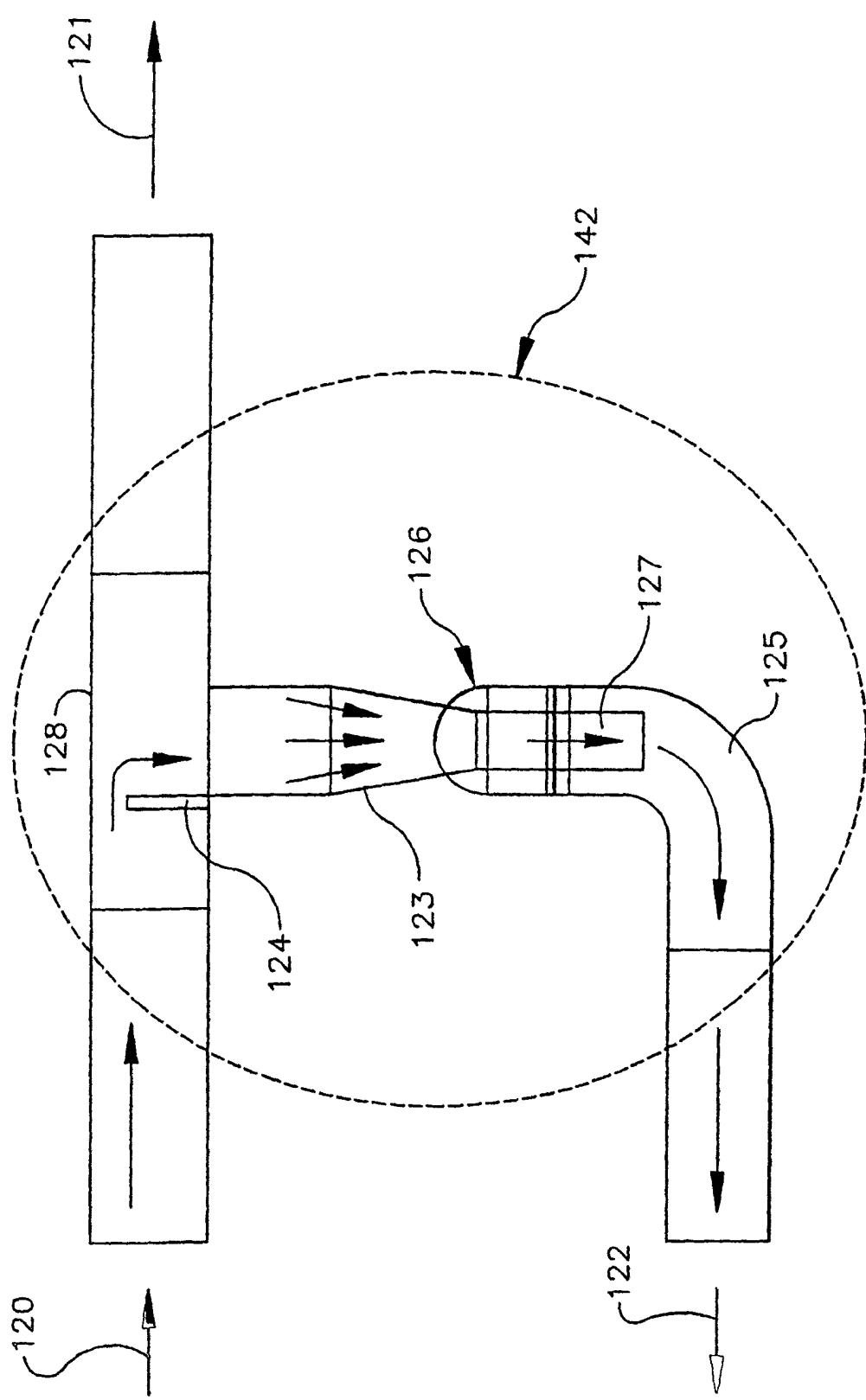


图 9 缩聚区中的层状混合

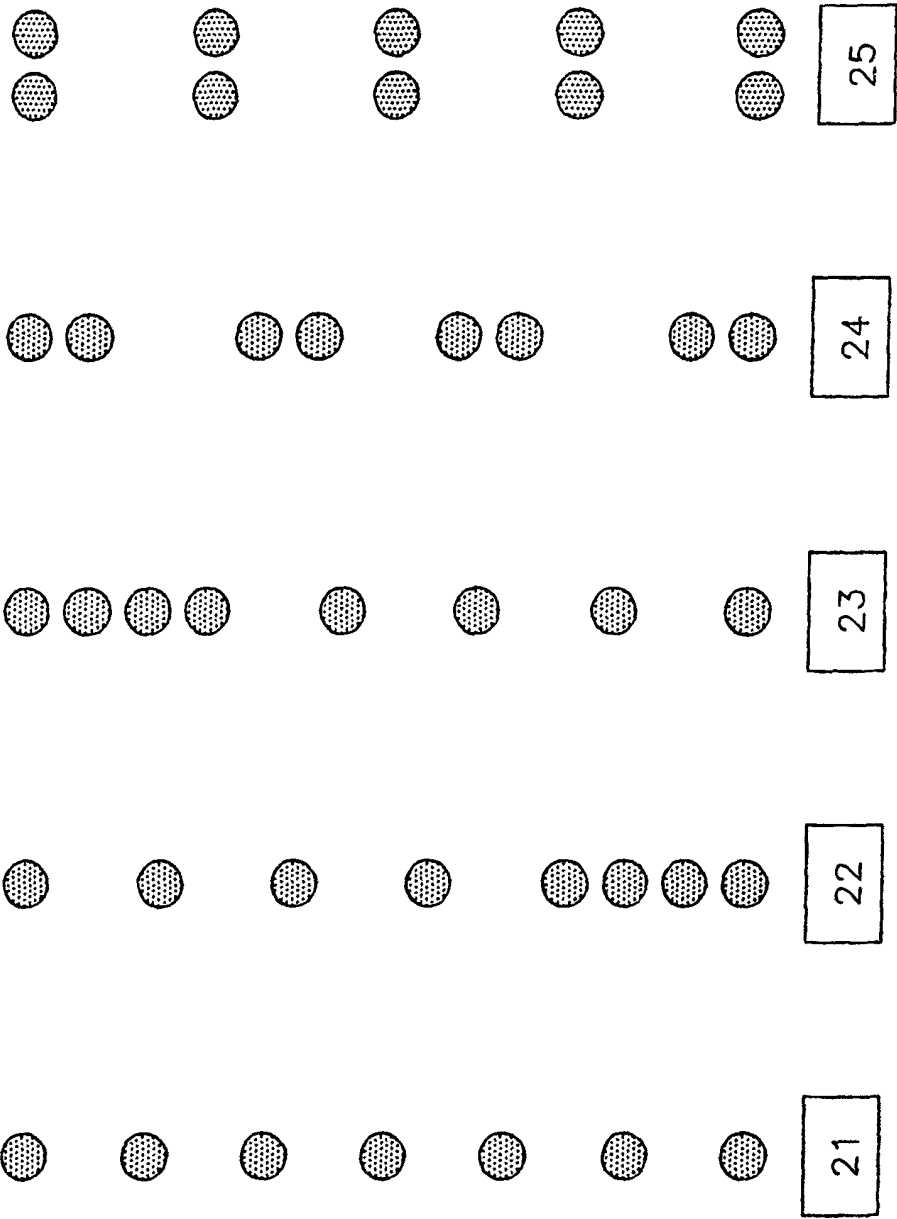


图 10 改变酯化和酯交换反应器压力分布图

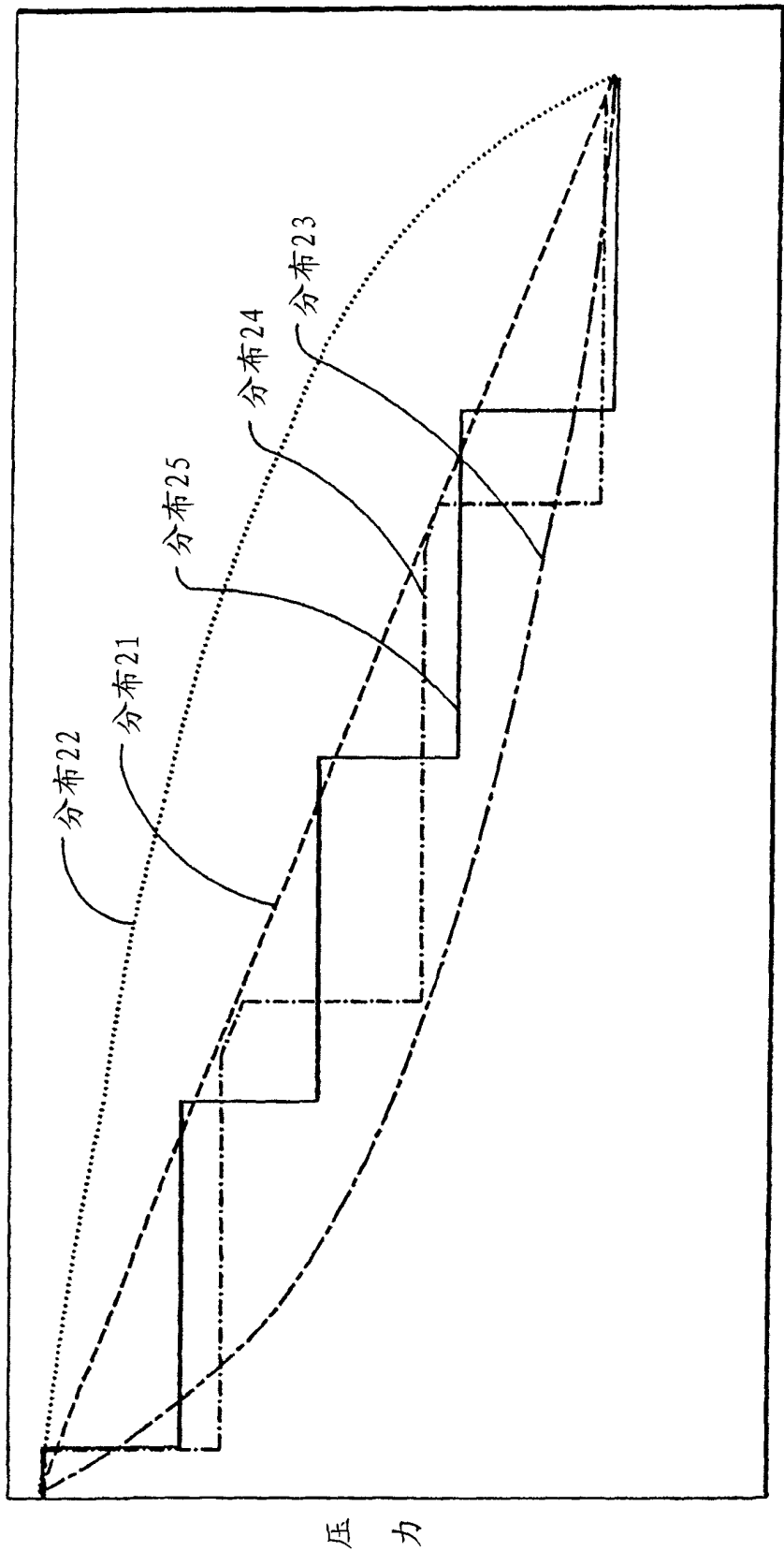


图 11 通过改变管道结构改变压力分布

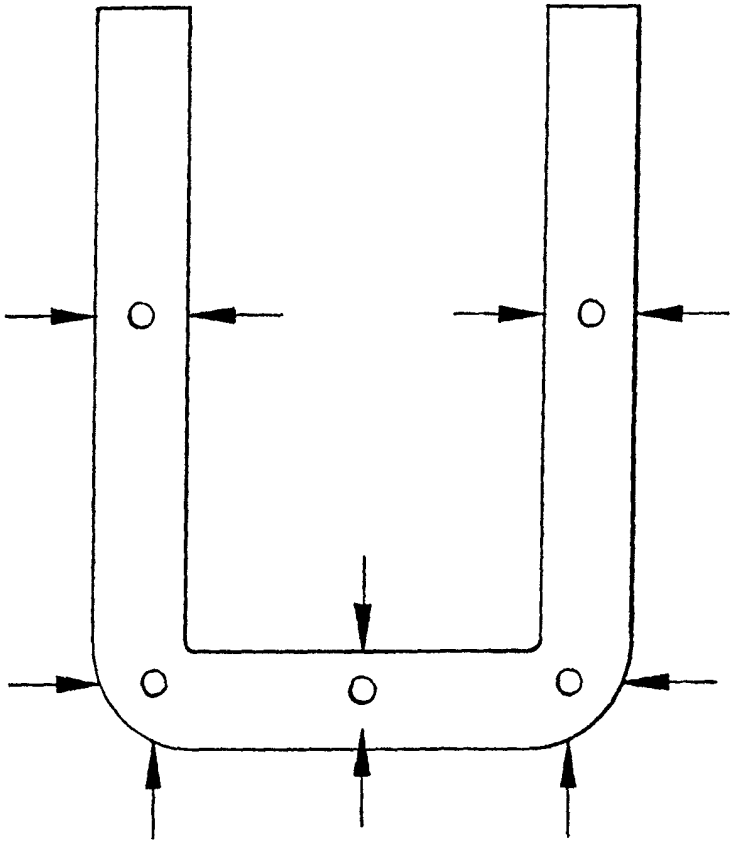


图 12B

添剂位置

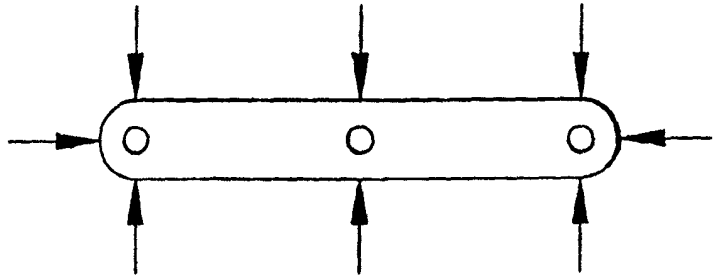


图 12A

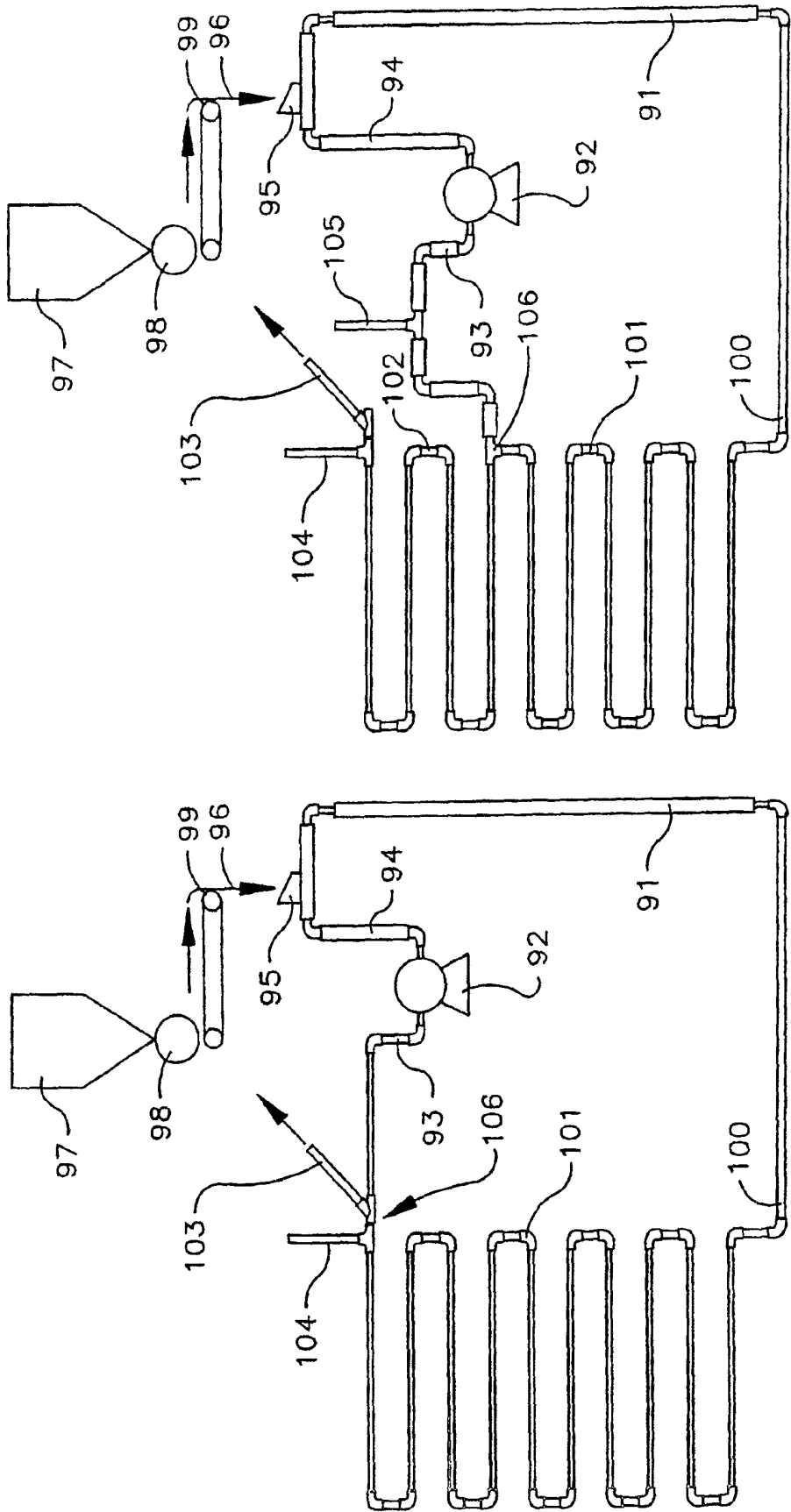


图 13B

图 13A

省去浆料罐

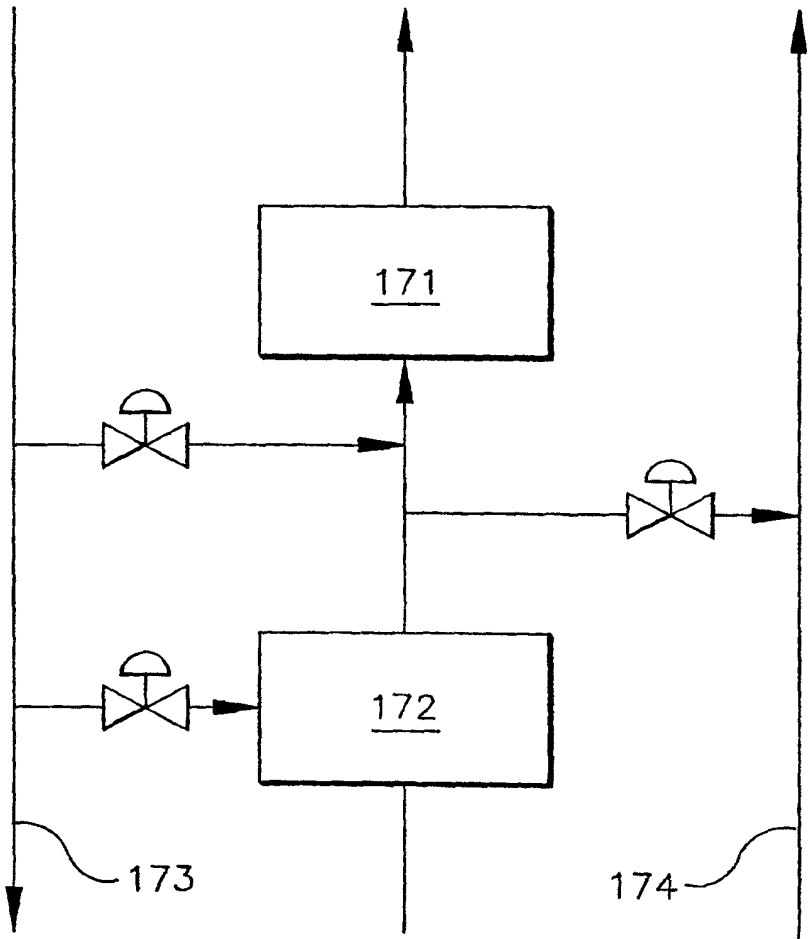
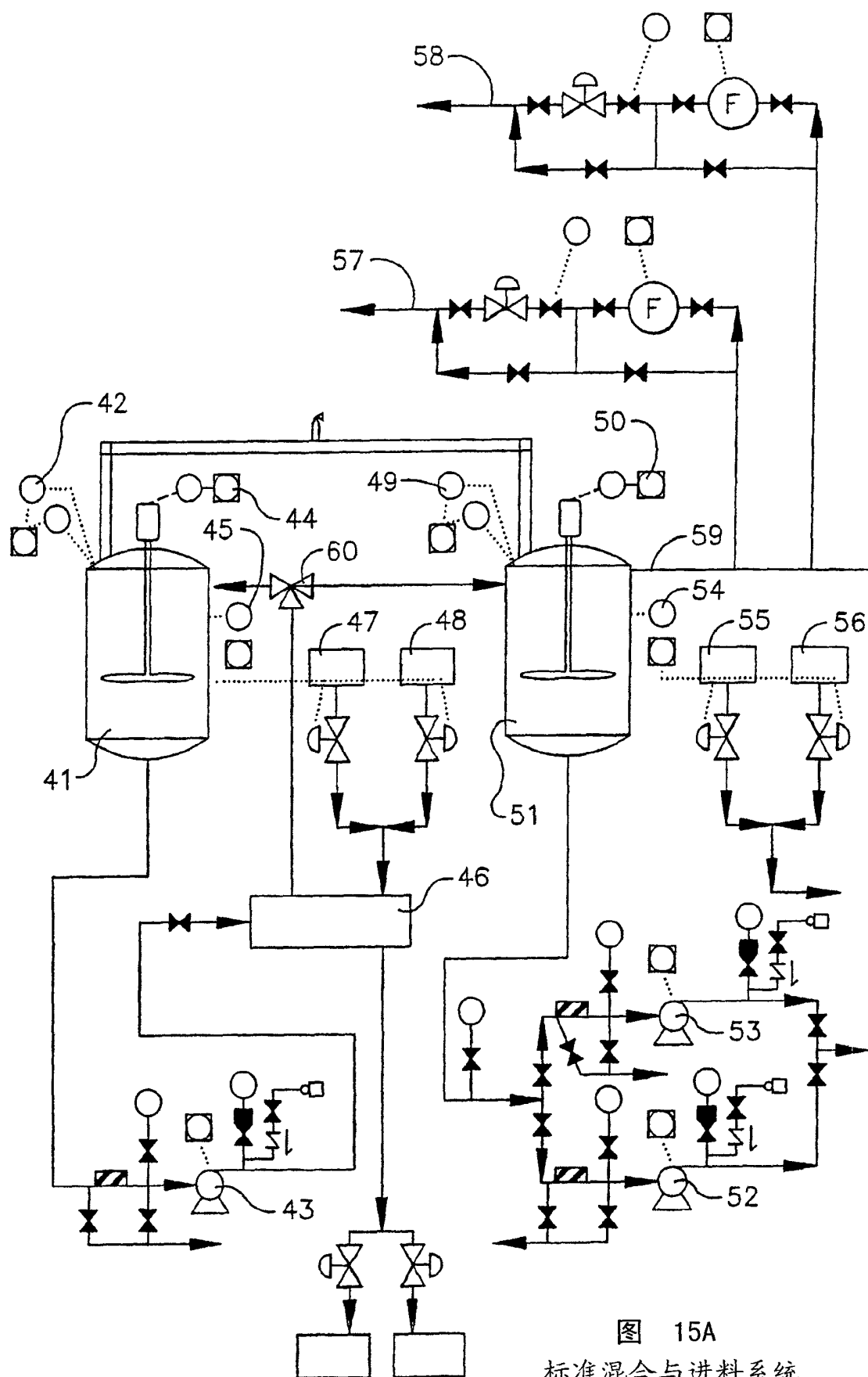


图 14 省去亚回路泵



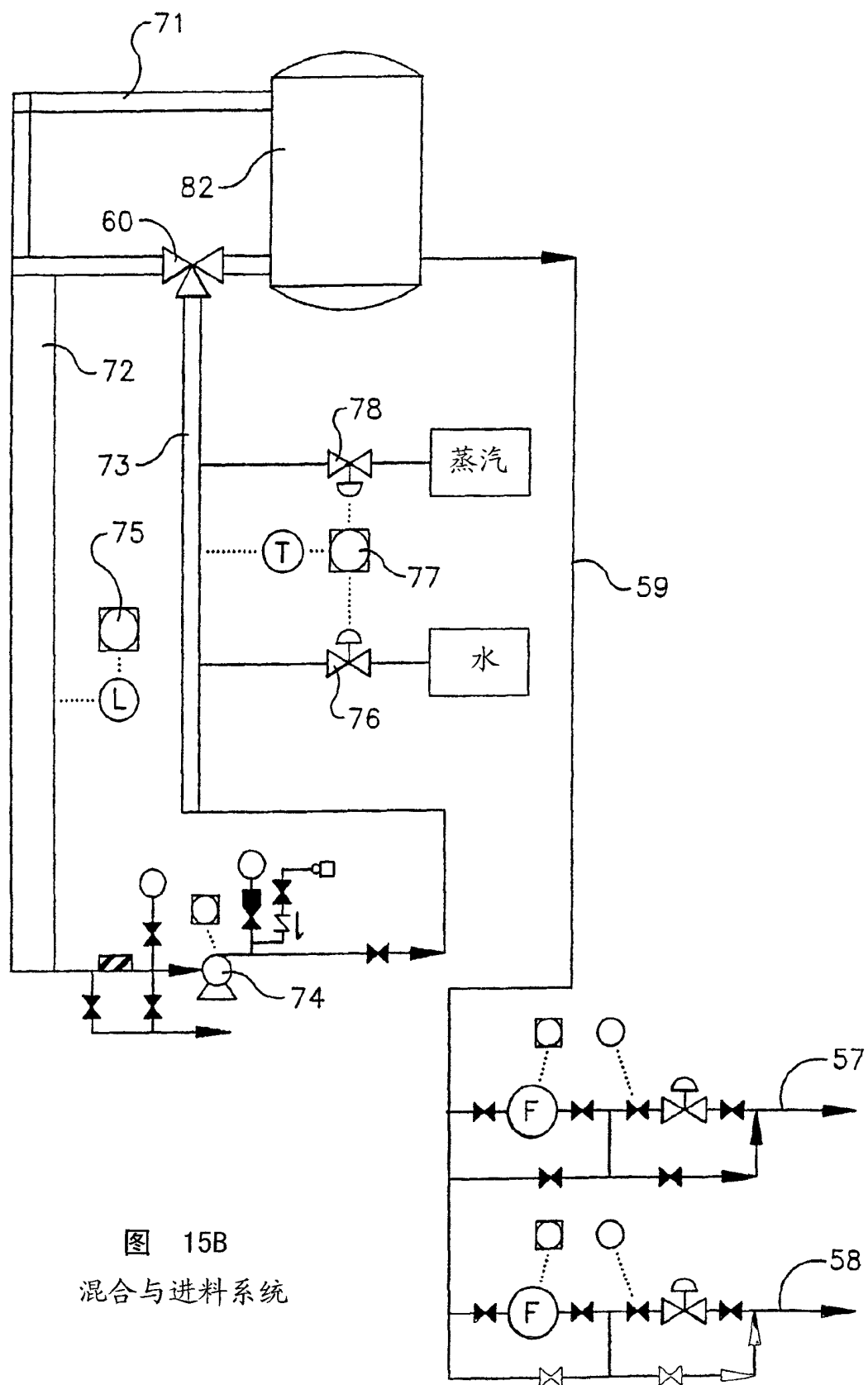


图 15B  
混合与进料系统

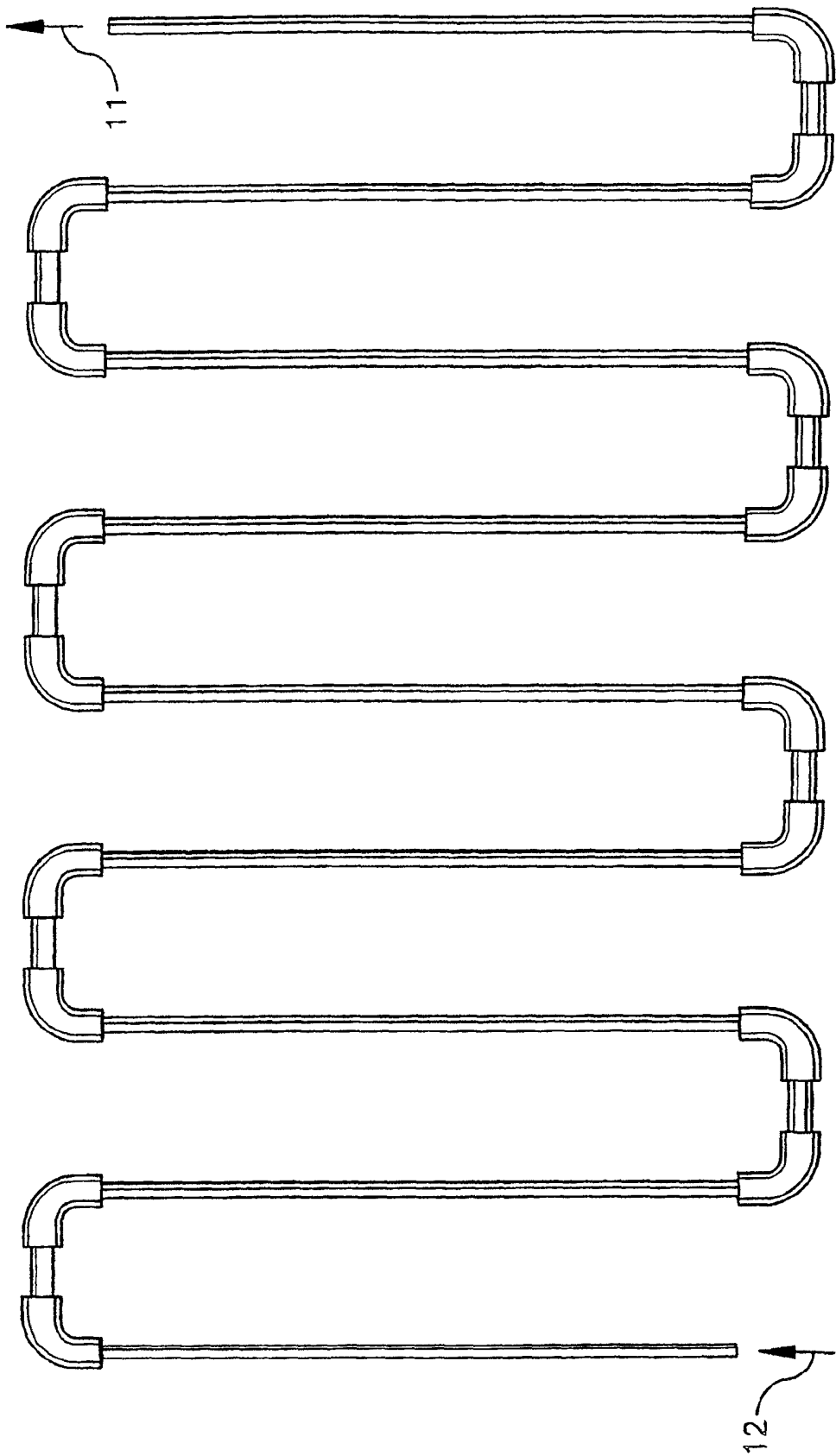


图 16 交替的低和高压结构: 酯交换或缩聚管式反应器

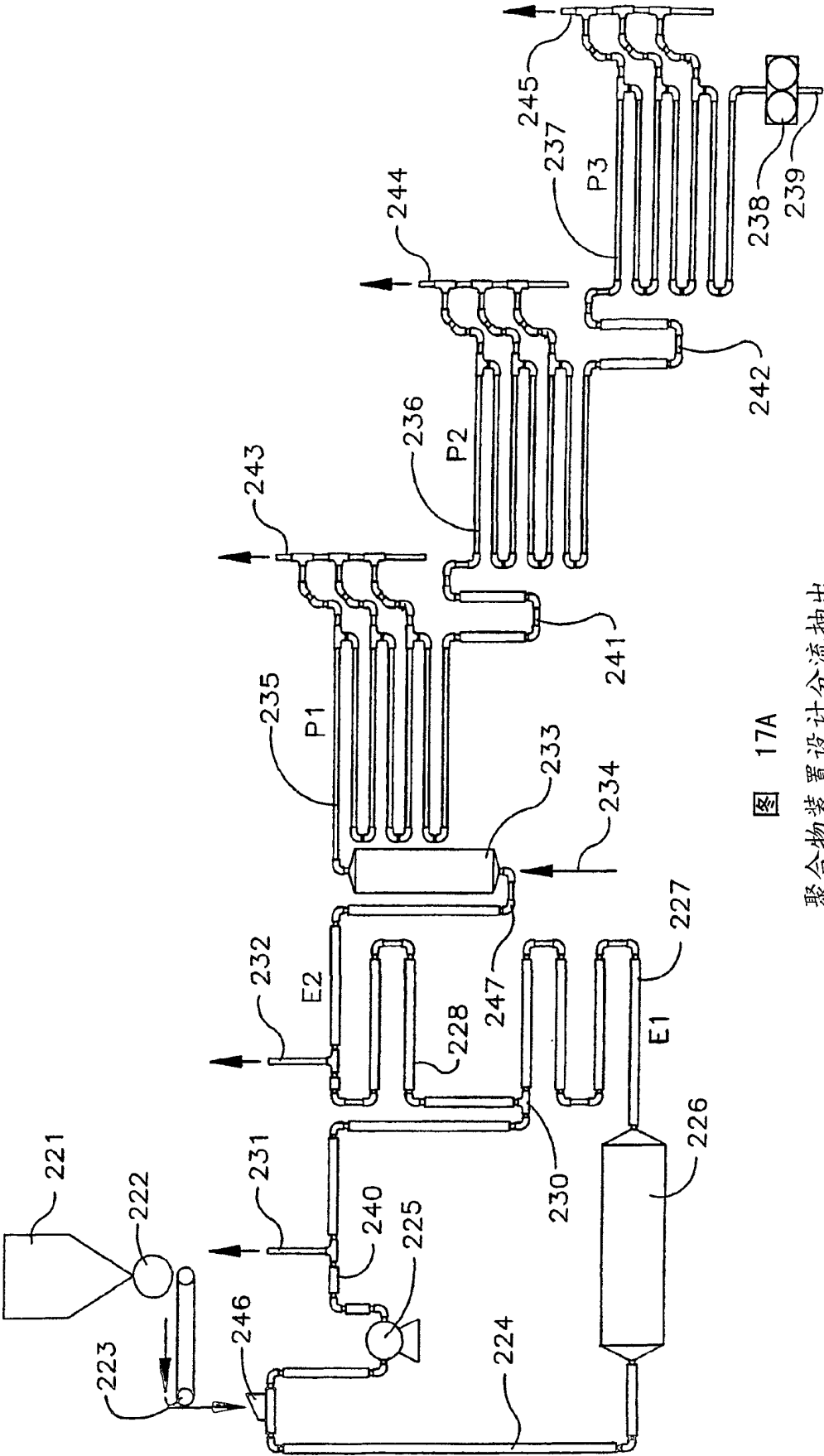


图 17A  
聚合物装置设计分流抽出

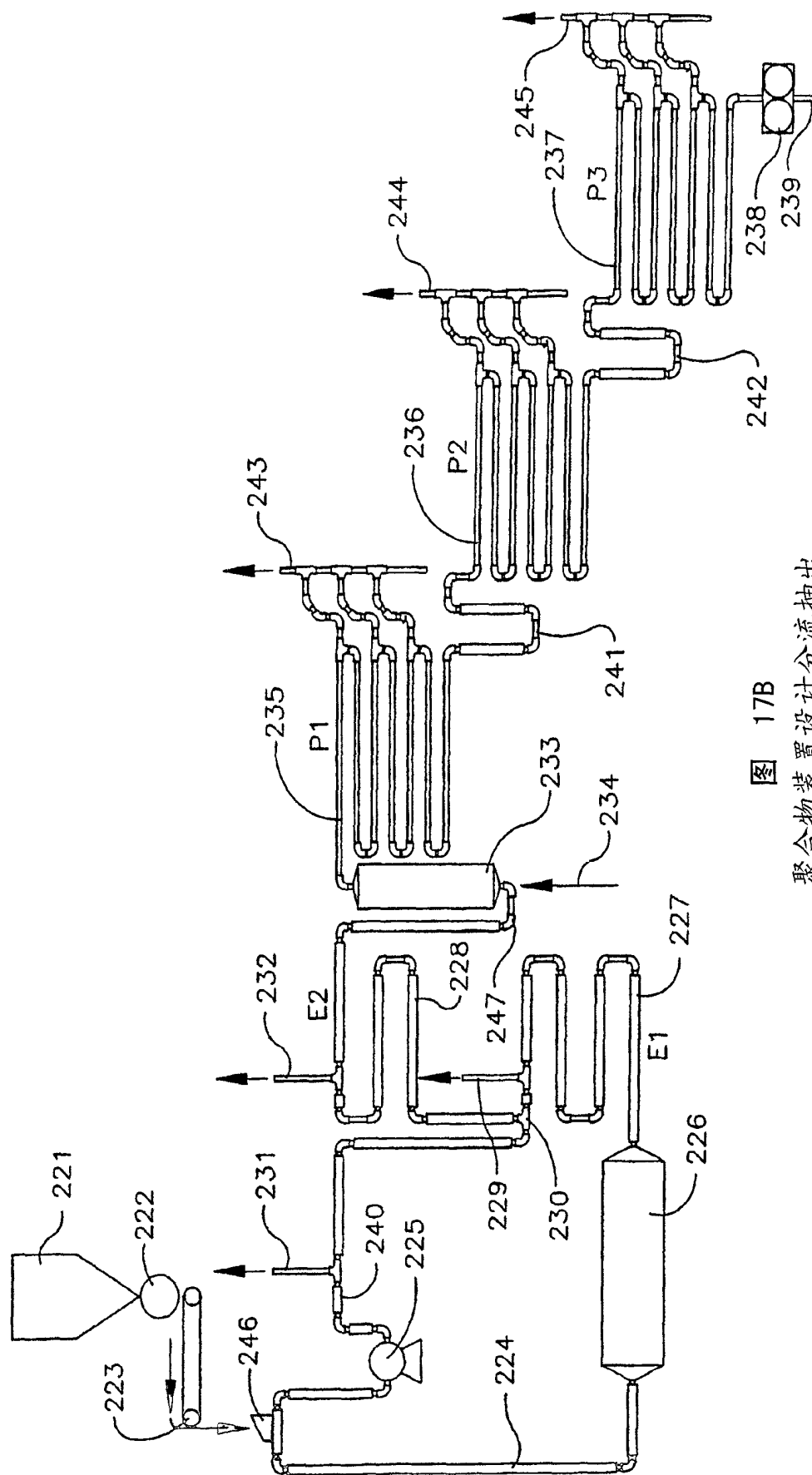


图 17B  
聚合物装置设计分流抽出

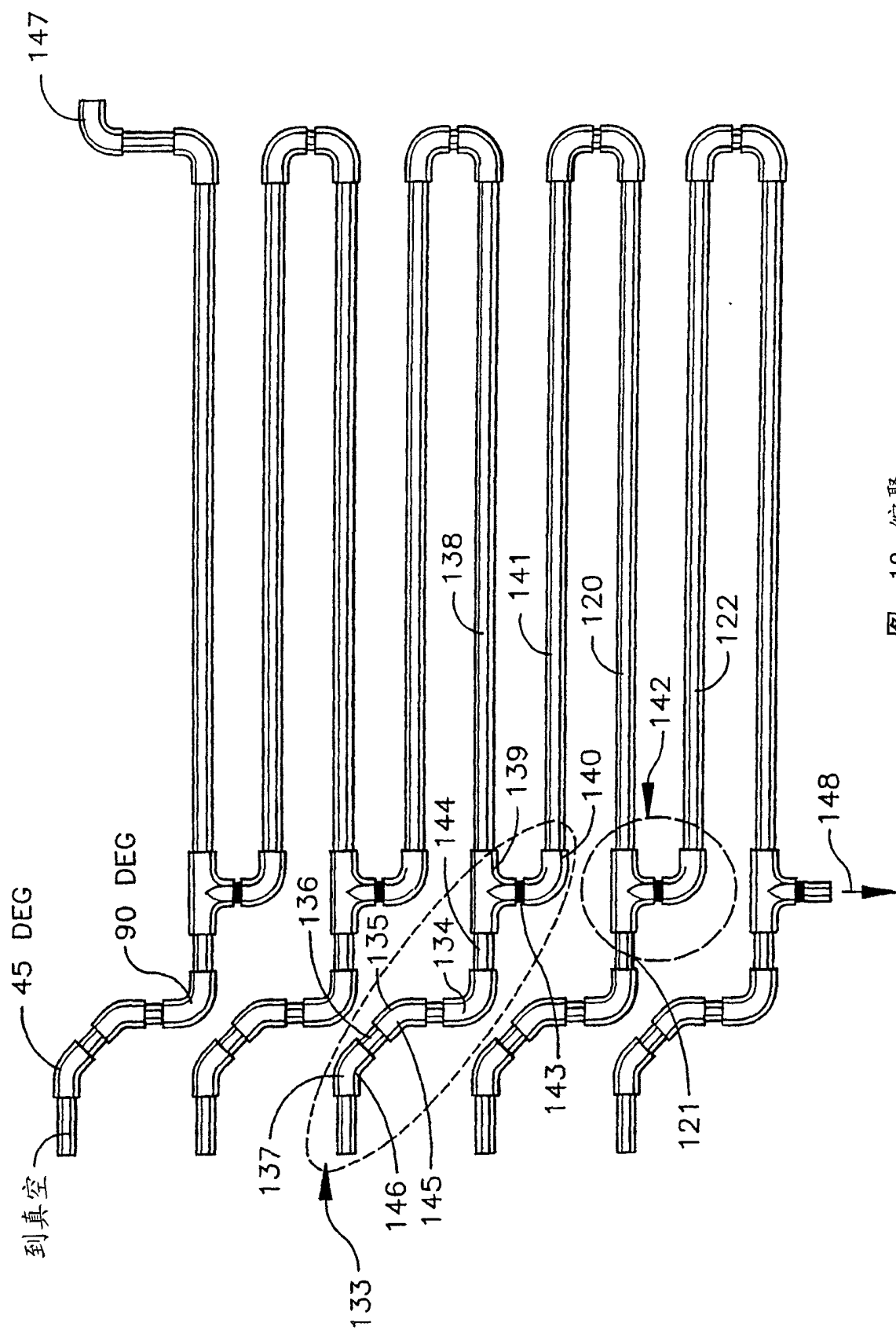


图 18 缩聚

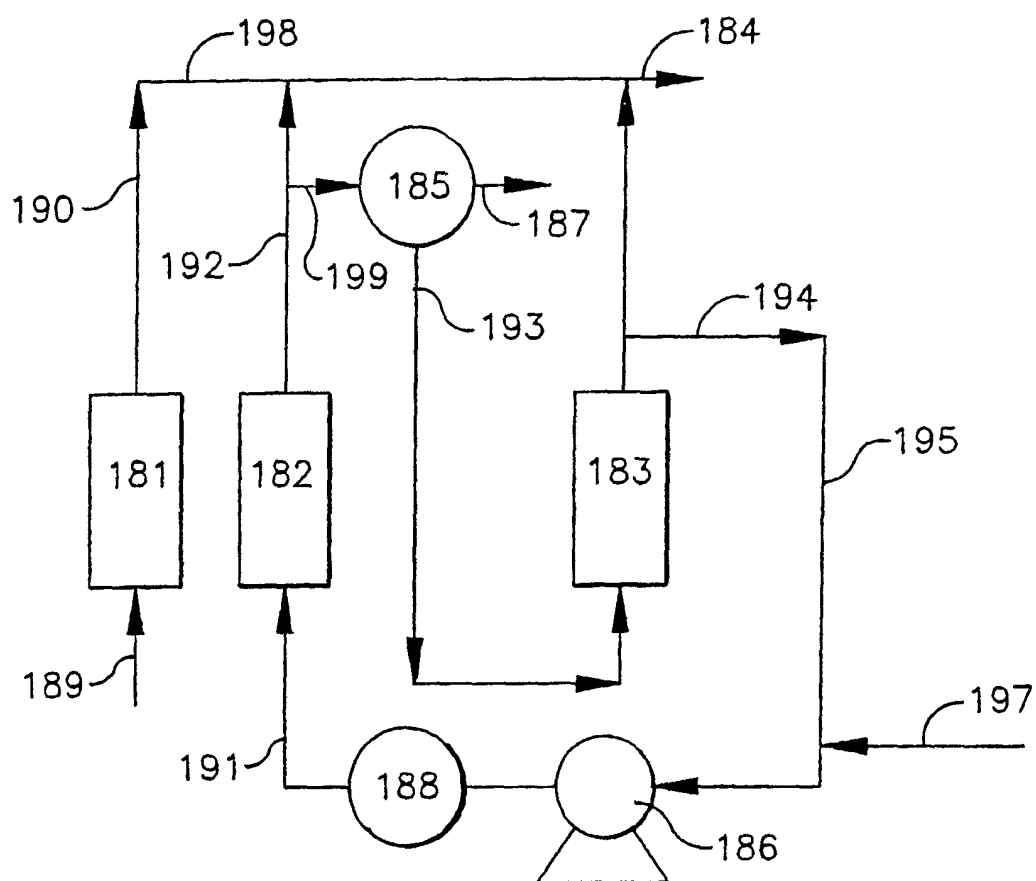


图 19

用吸附代替蒸馏

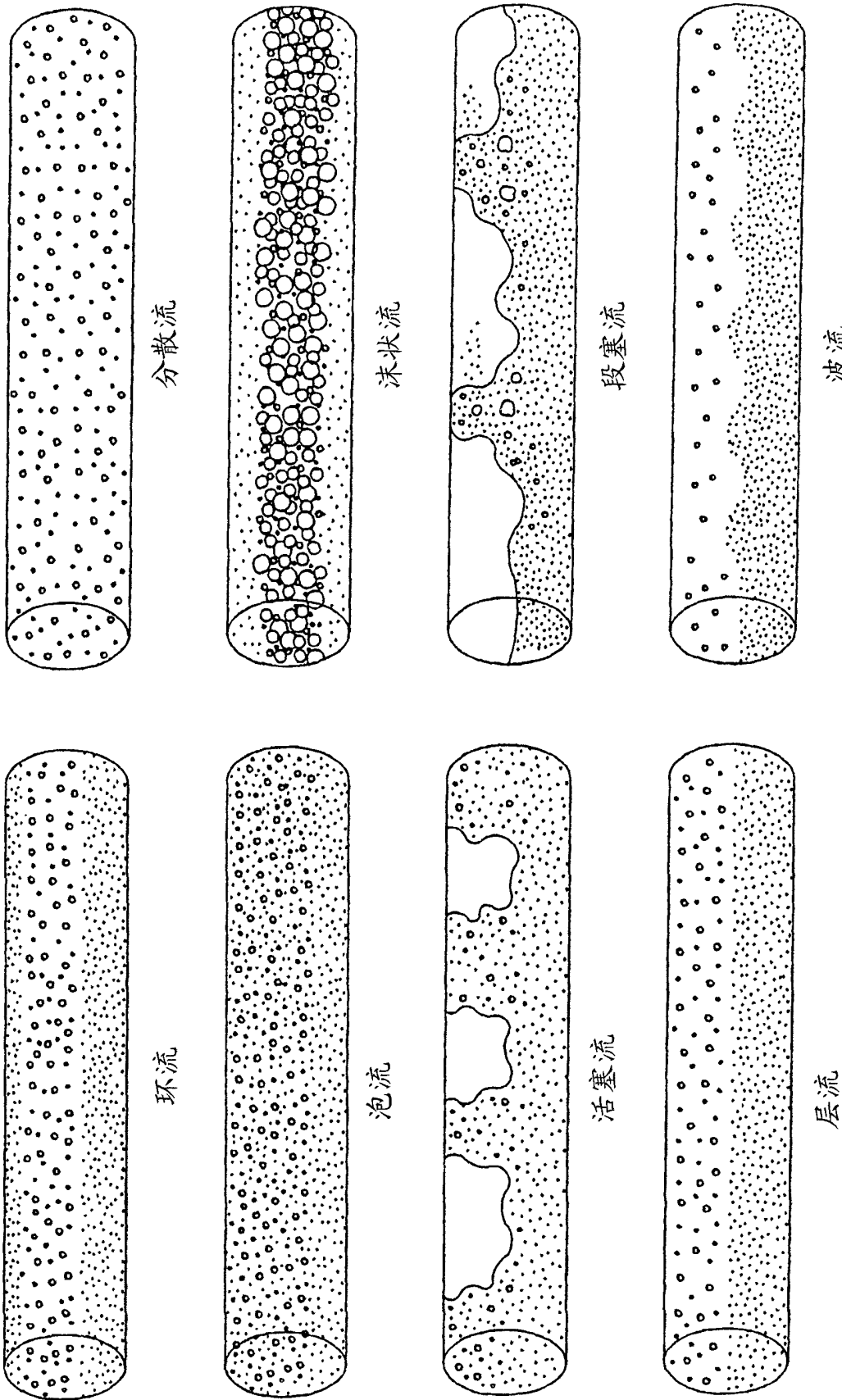


图 20A  
水平管中两相流动的流态

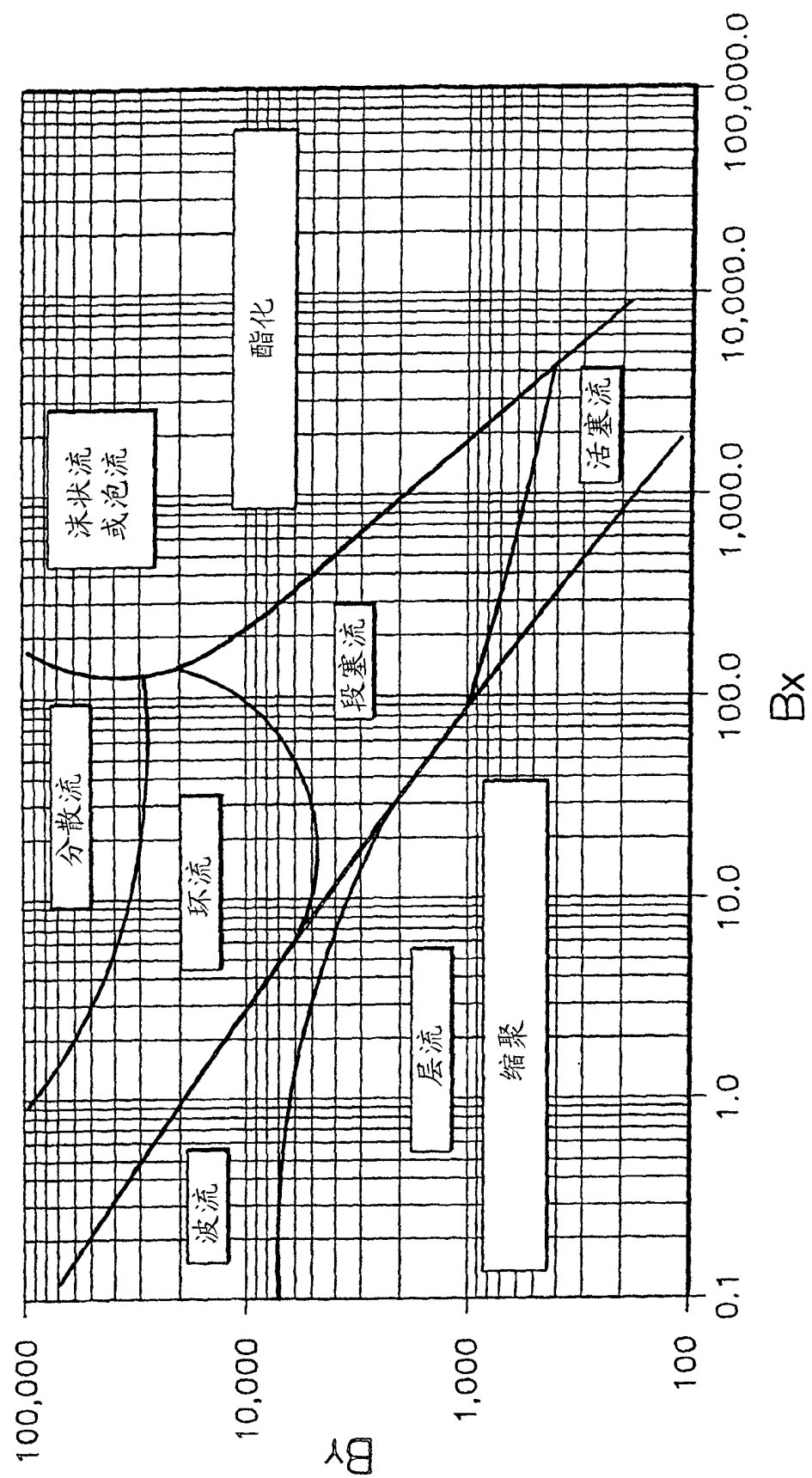


图 20B 两相流动图

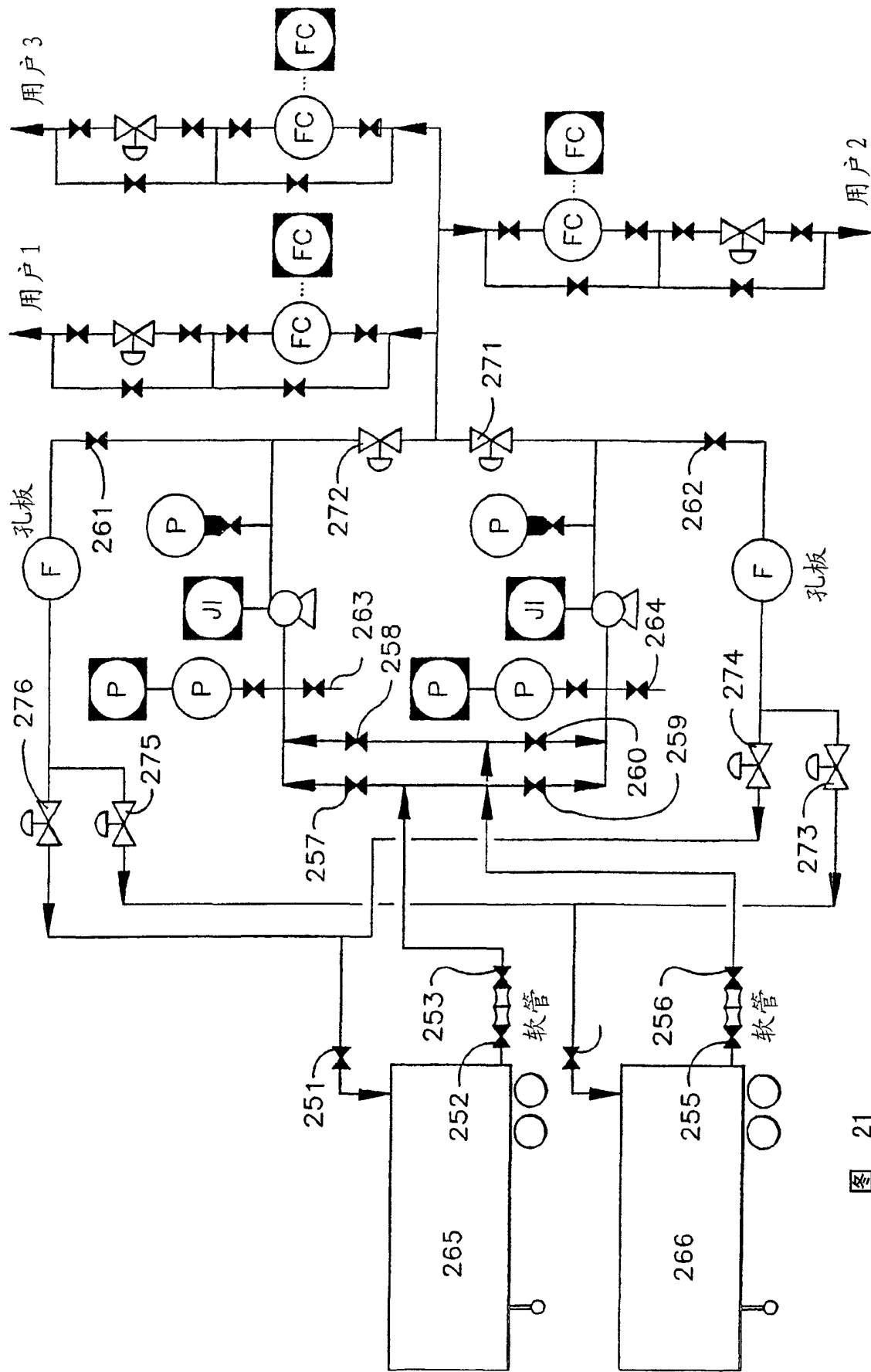


图 21  
无罐卡车卸载

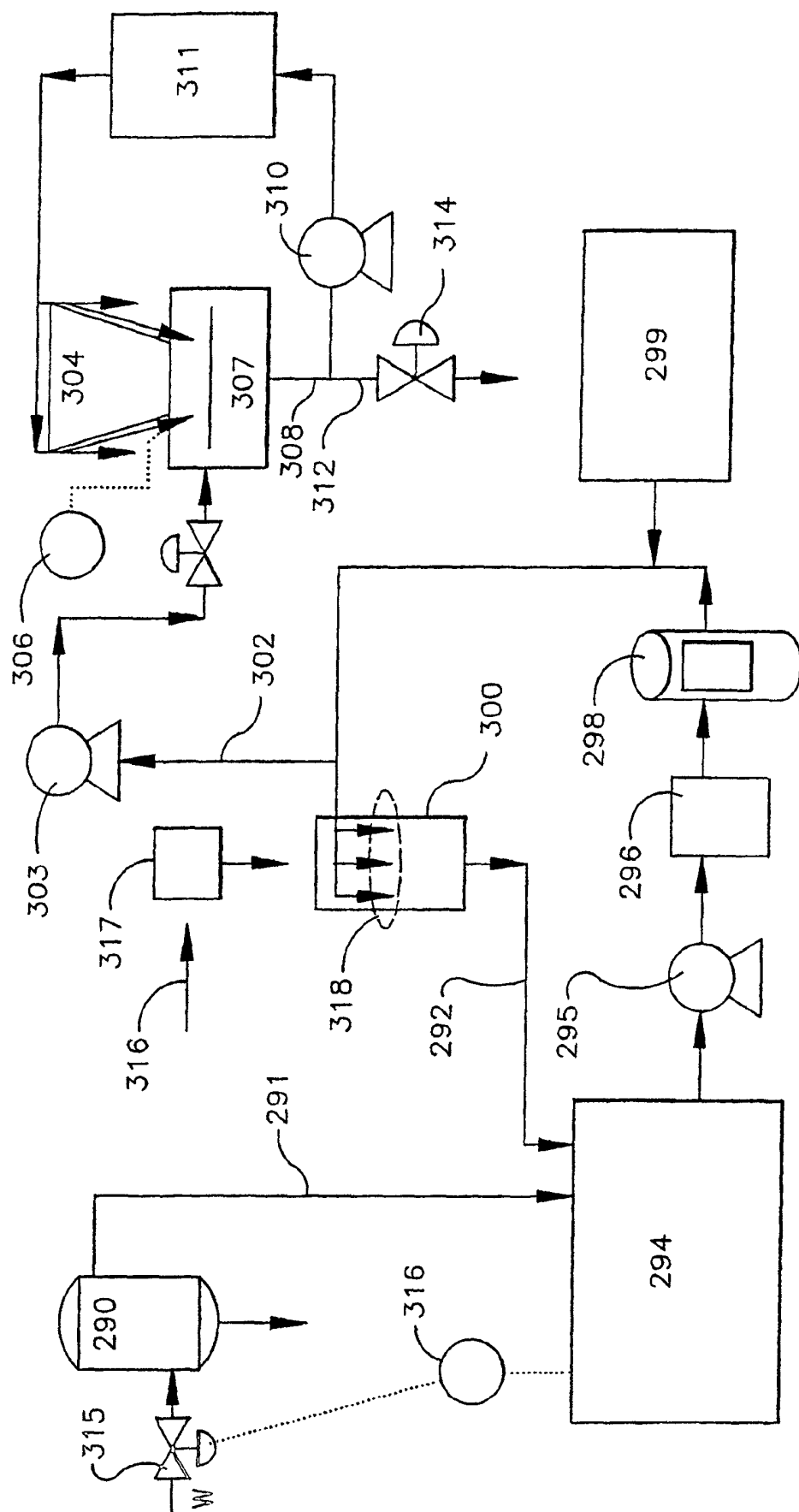


图 22 安全喷淋、冷却塔、切刀水, 和 HTM 泵冷却器的组合

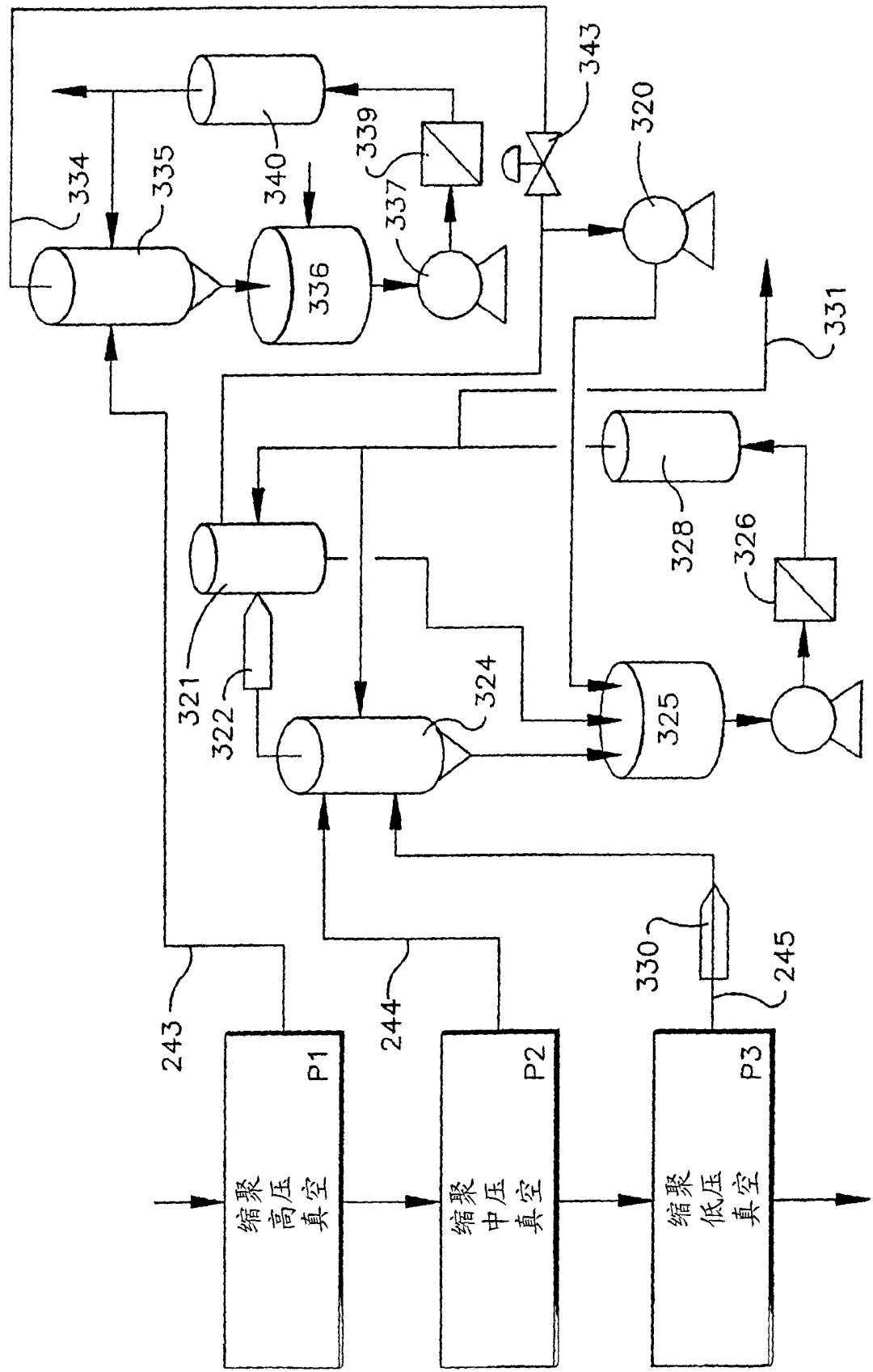


图 23 减少EG喷射嘴和消除急冷水的集成真空系统

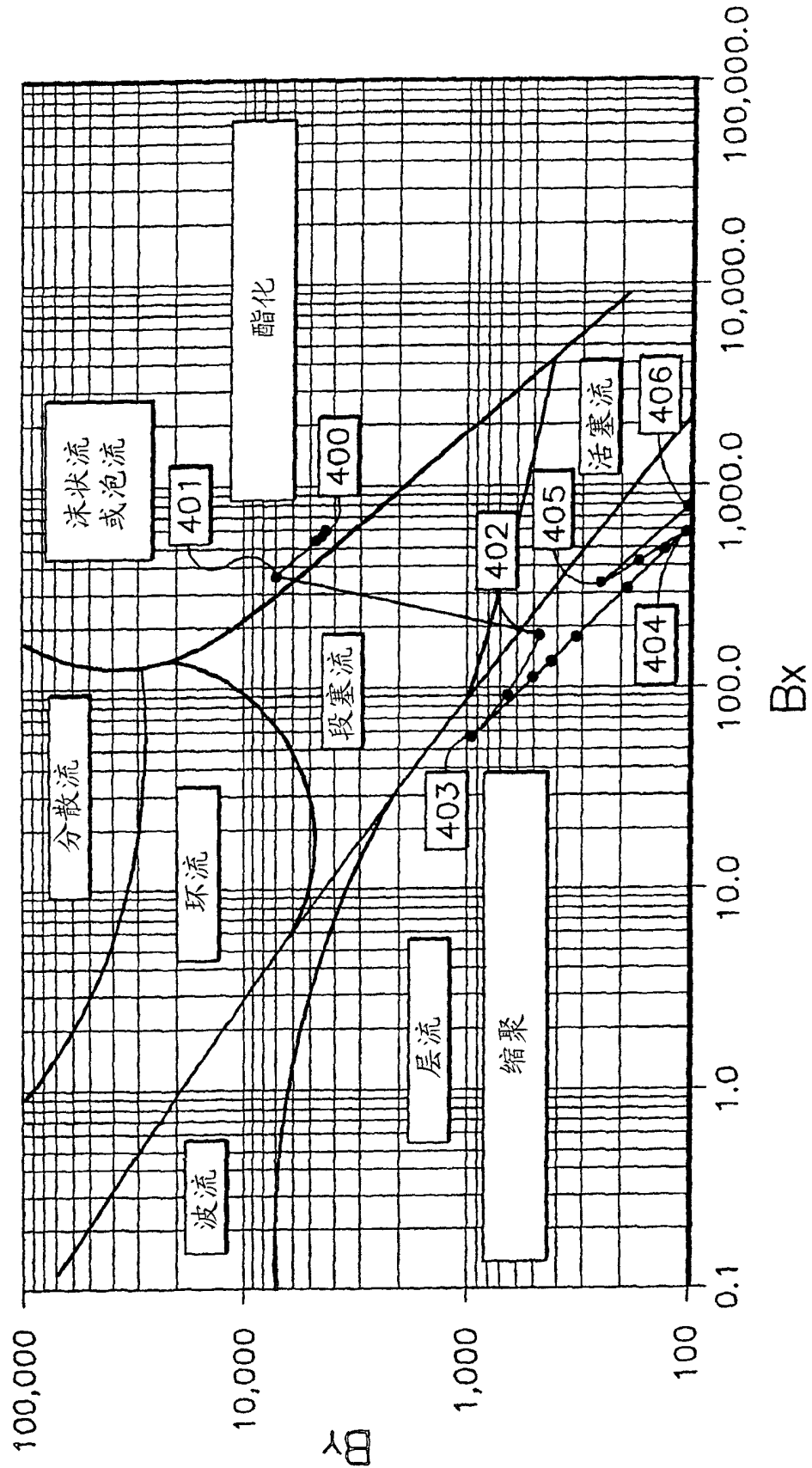


图 24 管式反应器两相流动型式