

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁶

C08G 63/78

[12] 发 明 专 利 说 明 书

[21] ZL 专利号 94191003.2

[45]授权公告日 1999 年 6 月 23 日

[11]授权公告号 CN 1043776C

[22]申请日 94.2.25 [24]颁证日 99.3.25
[21]申请号 94191003.2
[30]优先权
[32]93.2.27 [33]DE [31]P4306144.3
[86]国际申请 PCT/DE94/00194 94.2.25
[87]国际公布 WO94/19389 德 94.9.1
[85]进入国家阶段日期 95.7.25
[73]专利权人 约翰·布朗德意志工程有限公司
地址 联邦德国埃森
[72]发明人 J·林克 K·思特莫 R·盖尔
[56]参考文献
US4110316 1978. 8.29 C08G63/18
US4680376 1987. 7.14 C08G63/04
审查员 高胜华

[74]专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事
务所
代理人 黄泽雄

权利要求书 2 页 说明书 6 页 附图页数 1 页

[54]发明名称 受污染的乙二醇的处理方法和缩聚设备

[57]摘要

本发明涉及受污染的乙二醇的一种处理方法,这种受污染的乙二醇产生于生产 聚酯的缩聚工艺过程中。在这种处理方法中,把受污染的乙二醇进行连续预蒸馏,在减压下将蒸馏剩余物再进行后续蒸馏,使馏出物冷凝,然后作为提纯了的乙二醇再输送给缩聚工序,因此可达到在线回收乙二醇的目的,这种在线回收使得处理受污染的乙二醇的外部蒸馏设备成为不必要。

ISSN 1000-8-4274

权 利 要 求 书

1.在生产聚酯的缩聚工艺过程中产生的受污染的乙二醇的处理方法，其中，把受污染的乙二醇进行预蒸馏，分离出水份和低沸点物，然后再对蒸馏剩余物进行后续蒸馏，并使作为馏出物出现的这种乙二醇进行冷凝，其特征在于：把在缩聚工艺过程中受污染的乙二醇进行连续预蒸馏，在减压下再对蒸馏剩余物进行后续蒸馏，使馏出物冷凝，并作为提纯了的乙二醇再输送给缩聚工序或供应其用户。

2.按权利要求 1 所述的方法，其特征在于：把在用乙二醇使对苯二甲酸酯化成为聚酯的这种或这些酯化阶段产生的乙二醇/水混合物、和在串接的缩聚阶段由从喷淋冷凝器和真空泵的循环中产生的受污染的乙二醇，在缩聚工艺进行的同时用预蒸馏、在减压下后续蒸馏和冷凝的方法处理成为提纯了的乙二醇。

3.按权利要求 1 或 2 所述的方法，其特征在于：把从缩聚设备的开动、停止和提纯过程中产生的受污染的乙二醇在短暂贮存之后连续输送给乙二醇连续回收工序。

4.生产聚酯的缩聚设备，此设备至少装有一个酯化反应器（1）和一个串接的预蒸馏塔，此预蒸馏塔装有一个适合对于受污染的乙二醇预蒸馏的冷凝器，这种缩聚设备的特征在于：从预蒸馏塔（4）的底部（6）引出一根蒸馏剩余物输送管道（7），接到一个后续蒸馏塔（9），这根输送管道（7）装有一个降压装置（8）；在上面与这个后续蒸馏塔（9）连接的是一个适合

于作为提纯了的乙二醇出现的馏出物的冷凝器（10）；这个冷凝器（10）连接的一端是一根通向不同消耗点的再循环管道（11），这根再循环管道（11）装有一个适合于提纯了的乙二醇的输送泵（12），另一侧是装有一个真空泵（14）的一根真空管道（13），这个真空泵（14）用来在后续蒸馏塔（9）中产生真空，而且真空泵（14）压力侧有一根增压管（15），按输送方向在输送泵（12）前面与再循环管道（11）接通以保持压力平衡。

5.按权利要求4所述的缩聚设备，其特征在于：和预蒸馏塔（4）连接的是来自喷淋冷凝器和串接的缩聚段（3）的真空泵的一根输送管道（16），该管道（16）上带有一个中间容器罐。

6.按权利要求4或5所述的缩聚设备，其特征在于：在输送管道（7）上安装了一个压力缓冲容器（18）。

7.按权利要求4或5所述的缩聚设备，其特征在于：在提纯了的乙二醇的冷凝器（10）和输送泵（12）之间的再循环管道（11）上安装了一个回流容器（19），从这个回流容器（19）引出一根回流管道（20）通到后续蒸馏塔（9）的上端，这个后续蒸馏塔（9）有一个适合于提纯了的乙二醇的分配装置（21）。

8.按权利要求4或5所述的缩聚设备，其特征在于：与后续蒸馏塔（9）的底部（22）连接的是一根排出管（23），这根排出管（23）装有一个高沸点物输送泵（24）。

9.按权利要求4或5所述的缩聚设备，其特征在于：一根来自一个贮存容器的受污染的乙二醇的输送管道（25）通入酯化反应器（1）中。

说 明 书

受污染的乙二醇的处理方法 和缩聚设备

本发明涉及对受污染的乙二醇的一种处理方法。这种受污染的乙二醇产生于生产聚酯的缩聚工艺过程中。按照这种处理方法把受污染的乙二醇进行预蒸馏分离出水份和低沸点物，然后再蒸馏成为蒸馏残渣，以及使作为馏出物出现的这种乙二醇进行冷凝。

在生产聚酯的聚合工艺过程中产生受污染的乙二醇。例如在用乙二醇使对苯二甲酸酯化成为聚酯的酯化阶段产生一种乙二醇/水混合物。将这种乙二醇/水混合物输送给一个预蒸馏塔，为的是经过此预蒸塔的顶部蒸去水分和其它低沸点物，并在一个串接的冷凝器中进行冷凝。为了处理这种受污染的乙二醇和因此回收刚脱机的乙二醇，所以必须把由乙二醇、二甘醇和其它副产物组成的塔底产物或蒸馏残渣输送给一个和缩聚设备分开的蒸馏设备。这样一种脱机蒸馏设备在设备技术方面是昂贵的，此外还要求很大的投资，而且由于其占地面积和人员需要量也是不利的。此外还有：必须把即使在缩聚阶段由于多次循环从喷淋冷凝器和真空泵产生的以及在缩聚设备的开动和停止时产生的这种受污染的乙二醇输送给这个脱机蒸馏设备，而且因此必须在非连续的处理过程中将这种受污染的乙二醇提纯。这种对受污染的乙二醇的已知处理方法不仅在工艺方面

而且在设备技术方面全都不能令人满意。

本发明的基本任务是确定开头所述实施形式的一种处理方法，按照此处理方法可将在缩聚工艺过程中产生的这种受污染的乙二醇以合理的、性能可靠的和在设备技术方面特别简单的方法毫无问题地进行提纯。

本发明按一种类型的方法这样解决此任务：把在缩聚工艺过程中受污染的乙二醇进行连续预蒸馏；优选在真空下再蒸馏成为蒸馏残渣；使馏出物冷凝并作为已提纯的乙二醇再输送给聚合工艺或供应其用户。按照本发明的原理对来自缩聚工艺的全部受污染的乙二醇进行管线内的真空蒸馏。事实上将乙二醇回收结合在缩聚工艺中，也就是说用把蒸馏的工艺任务和处理任务结合在一起的方法。因此外部回收乙二醇成为不必要。本发明的乙二醇处理可达到一种特别好的提纯，因此经过提纯的这种乙二醇特别适合用于生产高质量的聚酯产品例如生产微纤维、薄膜、照相软片和瓶子用的聚酯粒子的缩聚设备中。事实上可达到精制乙二醇的质量。在这种情况下尤其重要的是在真空下进行蒸馏，这样就不产生乙二醇的通常严重的热氧化污染，达到最佳产品质量，即达到精制乙二醇的质量，从而节省精制的乙二醇。

下面提出了本发明的其它一些根据措施。本发明规定：把用乙二醇将对苯二甲酸酯化成聚酯的这种或这些酯化阶段中产生的乙二醇/水混合物和在串接的缩聚阶段中由于多次循环从喷淋冷凝器和真空泵中产生的受污染的乙二醇在缩聚工艺过程中连续处理成为提纯了的乙二醇，就是说进行预蒸馏；在真空下进行再蒸馏；把经过提纯的馏出物乙二醇进行冷凝，以及再把这种回收的乙二醇输送给

缩聚工序或供应其用户。因此包括缩聚阶段产生的受污染的乙二醇也可连续回收。按照本发明也可把从缩聚设备的开动、停止和提纯过程中产生的受污染的乙二醇在短暂贮存之后输送给乙二醇连续回收工序，例如导入酯化反应器。因为在缩聚设备的开动、停止（关闭）和提纯时产生所谓的提纯乙二醇，这种提纯乙二醇同样是受污染的乙二醇。结果可达到对缩聚设备中所使用过的和终于受到污染的全部乙二醇进行处理。

本发明的对象也是生产聚酯的一种缩聚设备，这种缩聚设备至少有一个酯化反应器和一个串接的、用来对受污染的乙二醇进行预蒸馏的预蒸馏塔，这个预蒸馏塔装有一个冷凝器。这种通常有两个酯化段和一个缩聚段的缩聚设备的特征是：预蒸馏塔底下面有一根通到一个后蒸馏塔的蒸馏残渣输送管道，这根输送管装有一个减压装置，例如一个减压阀；在后蒸馏塔的上面连接一个适用于提纯了的馏物乙二醇的冷凝器；这个冷凝器一方面与一根通向各不同用户的再循环管道连接，此再循环管装有一适用于提纯了的乙二醇的输送泵，另一方面与一根真空管道连接，此真空管道装有一个用来在此后蒸馏塔中产生真空的真空泵。而且真空泵压力侧有一根增压导管按输送方向在输送泵前面与再循环管道接通以保持压力平衡。本发明的这些措施产生的结果是：可以不用脱机，因此不用外部的蒸馏装置。更确切说，可实现一种在原来的缩聚设备内成为整体的连续操作的回收体系。这种回收体系大大减少了投资费用、厂房费用、人员费用和能量费用。之所以可达到节约能量，是因为对本发明的缩聚设备来说不象外部蒸馏塔一样，在回收乙二醇的过程中需要对蒸馏塔特别加热。此外，管线内设备运转还比脱线设备运转不

污染环境。适当的是在这个预蒸馏塔上连接一根从喷淋冷凝器和串接的缩聚段引出的一根输入管道，这根输入管道装有一个起缓冲作用的中间容器，因此也可连续地和不用外部的回收设备来处理缩聚段产生的受污染的乙二醇。通过所安装的这种中间容器可避免预蒸馏塔的负荷波动。预蒸馏塔的塔底产物或者由乙二醇、二甘醇和其它副产物组成的蒸馏残渣的输送管道应装有备用减压容器，因此在后蒸馏塔中事实上可使用真空或足够的负压，而在预蒸馏塔中则可使用通常的操作压力。为了使后蒸馏塔中的乙二醇提纯最佳化，本发明推荐：在提纯了的乙二醇的冷凝器和输送泵之间把一个回流容器装到再循环管道上，并把一根回流管道从这个回流容器连接到后蒸馏塔的上端，这个后蒸馏塔在那儿具有一个用于提纯了的乙二醇和被输送于回流途中的乙二醇的分配装置。通过这个分配装置事实上可达到使乙二醇更好地和高沸点物分离。对此，只有少量提了纯的乙二醇回流就已足够。优选把一根带有高沸点物输送泵的排出管和这个后蒸馏塔的底连接，因此可连续地排放出残留于后蒸馏塔塔底的高沸点物，而且设备操作人员可消除这些高沸点物。就这方面来说可达到小心地分离高沸点物—基本上是二甘醇和其它副产物。此外，一根来自一个储存容器的受污染的乙二醇输入管道也可通入这个酯化反应器，这个酯化反应器通常是酯化阶段的第二酯化反应器。因为这个储存容器是用来容纳受污染的乙二醇，这种受污染的乙二醇产生于缩聚设备的开动、停止和提纯过程中。

结果是不用外部处理就可把在缩聚工序中循环的全部乙二醇进行提纯，而且可作为几乎新鲜乙二醇再加以使用。因此这种缩聚方法总的说来更为经济。通过在真空下的后蒸馏来限制提纯了的乙二

醇的热氧化污染，在管线内的蒸馏过程中可达到正好纯乙二醇或新鲜乙二醇的规格。

下面借助于一张只表示一个实施例的示意图进一步说明本发明。此唯一的示意图表明安装成连续处理受污染的乙二醇的一种缩聚设备的部份。

此示意图中所示的生产聚酯的缩聚设备的设备部份让人清楚地看到一个酯化反应器 1，这个反应器和一个未表示出的酯化段 2 串联，还和一个也是未表示出的缩聚段 3 连接。一个带冷凝器 5 的预蒸馏塔 4 和这个酯化反应器 1 连接。在预蒸馏塔 4 中把来自酯化器 1 的乙二醇/水混合物中的水和低沸点物蒸出，在冷凝器 5 中进行冷凝，并排入大气中或输送给废水处理部门。从预蒸馏塔 4 的塔底或底 6 引出一根蒸馏残渣输送管通 7 到达后蒸馏塔 9。这种蒸馏残渣由乙二醇、二甘醇和其它副产品组成，这根输送管道带有一个只表示压力降低的装置 8，例如一个降压阀。在上面和这个后蒸馏塔 9 连接的是一个适合于馏出物，因此适合于提纯了的乙二醇的冷凝器 10。和这个冷凝器 10 连接，一方面是一根通向缩聚设备的各个不同的消耗点的再循环管道 11，这根再循环管道 11 装有一个适合于提纯了的乙二醇的输送泵 12，另一方面是装有一个真空泵 14 的一根真空管道 13，这个真空泵 14 用来在后蒸馏塔 9 中产生真空。真空泵 14 压力侧有一根增压管 15 按输送方向在输送泵 12 前面与再循环管道 11 接通以保持压力平衡。因此可将被真空泵吸入的提纯了的乙二醇输入其余提纯了的乙二醇的再循环管道。

和预蒸馏塔 4 连接的是来自串接的缩聚段 3 的喷淋冷凝器和真空泵的输送管道 16，此输送管道 16 装有一个中间容器 17。因此这

条输送管道 16 用来输送在缩聚段 3 产生的受污染的乙二醇。因为那儿在对于在真空下操作的缩聚段 3 来说再次需要的这些真空泵中没有增加受污染的乙二醇的冷凝蒸汽。为了有把握地保证在预蒸馏塔 4 和后蒸馏塔 9 之间需要的减压，在预蒸馏塔 4 和后蒸馏塔 9 之间的输送管道 7 上还装了一个以防万一的减压容器 18。在提纯了的乙二醇的冷凝器 10 和输送泵 12 之间的再循环管道 11 上装了一个回流容器 19。从这个回流容器 19 引出一根回流管道 20 通到后蒸馏塔 9 的上端，这个后蒸馏塔 9 有一个适合于提纯了的乙二醇的喷雾装置 21。就这方面来说，只有一小部份提纯了的乙二醇在回流途中被输入后蒸馏塔 9，为的是在那儿提高提纯效果。与后蒸馏塔 9 的底板 22 连接的是一根排出管 23，这根排出管 23 装有一个高沸点物输送泵 24。

一根来自一个贮存器的受污的乙二醇的输送管道 25 通入这个酯化反应器 1 中，这种受污染的乙二醇是在这个缩聚设备的开动、停止和提纯过程中产生的。

