(19)国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 114984888 B
(45)授权公告日 2023.10.03

(21)申请号 202210470491.0

(22)申请日 2022.04.28

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 114984888 A

(43)申请公布日 2022.09.02

(73)专利权人 华东理工大学
地址 200237 上海市徐汇区梅陇路130号
专利权人 山东蓝帆化工有限公司

(72)发明人 奚桢浩 刘延华 赵玲 蒋杰 李明东 宋万俊 李锦锦 孙长春 陈利贞 李佩

(74)专利代理机构 苏州翔远专利代理事务所(普通合伙) 32251
专利代理师 叶丙静

(51)Int.Cl.
B01J 19/18(2006.01)
B01D 3/00(2006.01)

(56)对比文件
CN 101450909 A,2009.06.10
CN 112028731 A,2020.12.04
CN 110538616 A,2019.12.06
CN 103232326 A,2013.08.07
CN 104402687 A,2015.03.11
CN 206986067 U,2018.02.09
CN 211199083 U,2020.08.07
CN 112844278 A,2021.05.28
CN 208865627 U,2019.05.17
CN 205188176 U,2016.04.27
NL 7317192 A,1974.06.18

审查员 梅青

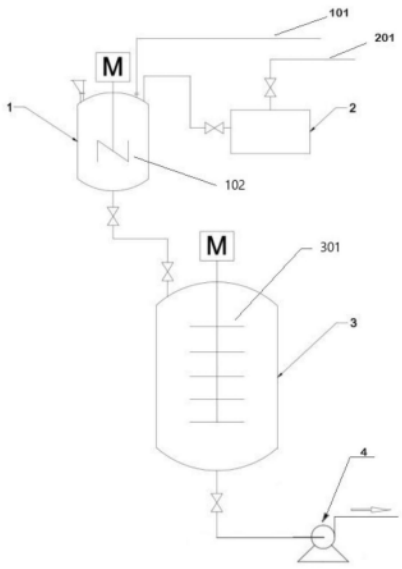
权利要求书2页 说明书7页 附图2页

(54)发明名称

一种生产增塑剂的连续酯化的循环反应器系统

(57)摘要

本发明公开了一种生产增塑剂的连续酯化的循环反应器系统,包括连续反应单元、分别与所述连续反应单元连接设置的浆料配置单元、气相分离单元和缓冲罐;所述连续反应单元包括两个串联设置第一酯化反应釜和第二酯化反应釜,所述浆料配置单元与所述第一酯化反应釜连接,反应物料进入所述浆料配置系统配置后,依次进入所述第一酯化反应釜和所述第二酯化反应釜中进行反应,最后进入所述缓冲罐;所述气相分离单元分别与所述第一酯化反应釜和所述第二酯化反应釜连接并形成形成气相循环系统。采用发明的技术方案,将酯化反应釜分割为若干个反应段,实现酯化反应的连续进行,可以用于规模化的连续工业生产。



CN 114984888 B

1.一种生产增塑剂的连续酯化的循环反应器系统,其特征在于,包括连续反应单元、分别与所述连续反应单元连接设置的浆料配置单元、气相分离单元和缓冲罐;

所述连续反应单元包括两个串联设置第一酯化反应釜和第二酯化反应釜,所述浆料配置单元与所述第一酯化反应釜连接,反应物料进入所述浆料配置单元配置后,依次进入所述第一酯化反应釜和所述第二酯化反应釜中进行反应,最后进入所述缓冲罐;

所述气相分离单元分别与所述第一酯化反应釜和所述第二酯化反应釜连接并形成气相循环系统;

所述第二酯化反应釜为水平放置的卧式反应釜,竖直方向内置有若干个隔板,将所述第二酯化反应釜分割成连通的若干个反应段;所述隔板的高度小于所述第二酯化反应釜的内径,使所述第二酯化反应釜保持连通;每个所述反应段内均设有搅拌器,在每个所述应段内依次进行酯化反应,经过最后一段所述反应段后排出所述第二酯化反应釜进入所述缓冲罐;

所述的第一酯化反应釜在反应釜底部设置滤膜;

所述第一酯化反应釜和/或所述第二酯化反应釜产生的气相进入所述气相循环系统中,经过所述气相分离单元进行分离后再次返回至所述第一酯化反应釜和/或所述第二酯化反应釜中循环再利用;

所述气相分离单元包括分馏塔、分凝器、冷凝器和回流罐;所述分馏塔与所述第二酯化反应釜连接;所述分凝器设于所述分馏塔顶部,两者耦合连接;所述分凝器-所述冷凝器-所述回流罐-所述分凝器依次连接形成循环分离系统,气相经所述分馏塔进入所述分凝器内,进入所述循环分离系统多次循环后,醇相返回至所述分馏塔再次利用;

循环分离系统中,水蒸汽和醇蒸汽经分凝器和冷凝器后再进入回流罐实现醇水分离,醇相形成回流醇返回参与酯化反应,水相经回流罐排出循环分离系统,分凝器和冷凝器之间设有压力控制阀,调节进入冷凝器的压力;

所述隔板至少底端固定设置于所述第二酯化反应釜的内壁,顶端开口,使全部所述反应段的顶部相连通,从而使反应物料能够依次通过上一级的所述反应段进入下一级的所述反应段;

所述循环分离系统设有回流泵,所述回流泵分别与所述分馏塔和所述分凝器设有调节阀,将所述循环分离系统内的醇相输入至所述气相循环系统或所述循环分离系统。

2.如权利要求1所述的生产增塑剂的连续酯化的循环反应器系统,其特征在于,所述隔板的高度为所述第二酯化反应釜直径的1/2~2/3。

3.如权利要求1所述的生产增塑剂的连续酯化的循环反应器系统,其特征在于,所述第一酯化反应釜和所述第二酯化反应釜均设有搅拌器;所述搅拌器包括搅拌电机、搅拌轴和搅拌叶,所述搅拌轴与所述搅拌电机连接,且自上而下设置在所述酯化反应釜内,所述搅拌叶设在搅拌轴上,通过所述搅拌电机来调整所述搅拌叶的转动速度;所述搅拌叶上固定设有催化剂储盒,所述催化剂储盒外壁设有滤孔,随着所述搅拌叶转动,催化剂经所述滤孔排出所述催化剂储盒,进入所述酯化反应釜内。

4.如权利要求1所述的生产增塑剂的连续酯化的循环反应器系统,其特征在于,所述浆料配置单元包括高位储罐、浆料配置釜和浆料成品釜,所述浆料配置釜分别与所述高位储罐和所述浆料成品釜连接,各反应原料分别经所述高位储罐按照所需比例输入至所述浆料

配置釜内后进行预混后再输入至所述浆料成品釜内进行制浆,形成均匀分散的浆料体系。

5.如权利要求4所述的生产增塑剂的连续酯化的循环反应器系统,其特征在于,所述浆料成品釜内均设置有浆料搅拌机,保持所述浆料体系均匀分散状态,防止结块。

一种生产增塑剂的连续酯化的循环反应器系统

技术领域

[0001] 本发明属于增塑剂生产技术领域，涉及一种生产增塑剂的连续酯化的循环反应器系统。

背景技术

[0002] 增塑剂是加工橡胶、塑料、涂料等高聚物成型时为增加其可塑性、流动性并使成品具有柔韧性而加入的物质，是塑料工业必不可少的添加助剂，这其中邻苯二甲酸酯和对苯二甲酸酯的比例又占据了90％以上，但研究表明邻苯类增塑剂具有潜在的致癌性，而环氧油脂和柠檬酸酯类等绿色增塑剂在产量上也难以在短期满足庞大的市场需求，所以在未来增塑剂的需求还会有很大的缺口。然而传统的合成工艺耗时长，能耗高，传统增塑剂生产采用酯化间歇式投料，后续系统连续化生产工艺，存在操作繁琐、能耗高和产量少等问题。所谓的间歇酯化法，采用间歇进料的方式，将反应所需的酸或酸酐、过量的醇以及催化剂按照一定比例加入到酯化反应釜中，加热进行酯化反应，达到反应终点后再将酯化物料转移到下一工序进行处理，空置出的酯化反应釜继续进行下一批次的酯化反应，也就是说，酯化反应釜内酯化反应结束后都需要将反应物料人工转移，无法连续进行。该方法不仅生产耗时较长，同时由于生产过程采用的间歇酯化工艺受到各种叠加因素影响，导致生产各批次之间的产品质量不稳定，不同批次的产品往往性能参数存在一定的差异，且能耗高，收率低，无法实现大的、规模化的生产。

[0003] 中国发明专利CN102503831A提供了一种增塑剂的连续酯化生产方法，该专利提供了至少两个相互串联的、设有催化剂反应床的连续酯化反应器，各连续酯化反应器的温度依次升高，向各连续酯化反应器内连续通入过热醇气体，与所述预酯化料在催化剂反应床上进行逆流反应，从末端连续酯化反应器底部连续采出增塑剂产品。该发明主要通过对反应器内通入过热纯蒸汽来维持串联的连续酯化反应器的酯化反应的进行，但是，实际反应中，反应器内的醇蒸汽一直处于过量状态，每一级反应器内中过量的醇蒸汽和水蒸气一起被排出反应器外，导致下一级的反应器中的醇不足量无法继续进行下一步的反应，从而需要在每一级的连续酯化反应器中再次通入过量的醇蒸汽，以维持反应进行，这势必导致反应原料的巨大浪费，同时增加了操作工序并未包含热醇的处理装置。中国专利CN203474763U公开了一种连续酯交换反应器及装置，该专利中公开的一种酯交换反应器是现有技术中最为常用的反应器，物料从酯交换反应釜的底部进入，物料在酯交换反应釜上升过程中通过搅拌充分混合并反应，根据反应时间计算停留时间，根据停留时间计算容积，从而保证连续反应，达到连续生产的目的。利用该反应器时，一方面，为了能够将物料不断地向上运行，需要提高搅拌速度，使物料在不断向上运动并从腔口溢出至上一个腔体，以避免在反应器底部出现沉积的现象，且反应处于高速运转状态时，处于高温状态下的气相物料蒸发严重，导致大量的醇相流失，因此需要更高的醇酸比，能耗大，原料耗费高；另一方面，在搅拌过程中当物料为状态时，会出现物料的移动并不能同频，导致每一段反应的腔体内的反应体系的物料的比例并不相等，从而使得反应收率低。

发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种生产增塑剂的连续酯化的循环反应器系统能够实现反应的连续进行,同时能够降低酯化反应中的醇酸比,节约能源。

[0005] 为实现上述的目的,本发明提供了一种生产增塑剂的连续酯化的循环反应器系统,包括连续反应单元、分别与所述连续反应单元连接设置的浆料配置单元、气相分离单元和缓冲罐;所述连续反应单元包括两个串联设置第一酯化反应釜和第二酯化反应釜,所述浆料配置单元与所述第一酯化反应釜连接,反应物料进入所述浆料配置系统配置后,依次进入所述第一酯化反应釜和所述第二酯化反应釜中进行反应,最后进入所述缓冲罐;所述气相分离单元分别与所述第一酯化反应釜和所述第二酯化反应釜连接并形成形成气相循环系统。

[0006] 进一步地,所述第二酯化反应釜水平放置,内部竖直方向设有若干个隔板,将所述第二酯化反应釜分割成连通的若干个反应段;所述隔板的长度小于所述第二酯化反应釜的直径,使所述第二酯化反应釜保持连通;每个所述反应段内均设有搅拌器,在每个所述应段内进行酯化反应,经过最后一段所述反应段后排出所述第二酯化反应釜进入所述缓冲罐。

[0007] 进一步地,所述隔板至少底端固定设置于所述第二酯化反应釜的内壁,顶端开口,使全部所述反应段的顶部相连通,从而使反应物料能够依次通过上一级的所述反应段进入下一级的所述反应段。

[0008] 进一步地,所述隔板的高度为所述第二酯化反应釜直径的1/2～2/3。

[0009] 进一步地,所述第一酯化反应釜和所述第二酯化反应釜均设有搅拌器;所述搅拌器包括搅拌电机、搅拌轴和搅拌叶,所述搅拌轴与所述搅拌电机连接,且自上而下设置在所述酯化反应釜内,所述搅拌叶设在搅拌轴上,通过所述搅拌电机来调整所述搅拌叶的转动速度;所述搅拌叶上固定设有催化剂储盒,所述催化剂储盒外壁设有滤孔,随着所述搅拌叶转动,催化剂经所述滤孔排出所述催化剂储盒,进入所述酯化反应釜内。

[0010] 进一步地,所述第一酯化反应釜在反应釜底部设置滤膜;所述第一酯化反应釜采用蒸汽伴热,蒸汽伴热采用蒸汽伴管进行加热,蒸汽伴管螺旋盘绕在所述第一酯化反应釜内壁上,保证整个釜内壁的均匀受热。

[0011] 进一步地,所述浆料配置单元包括高位储罐、浆料配置釜和浆料成品釜,所述浆料配置釜分别与所述高位储罐和所述浆料成品釜连接,各反应原料分别经所述高位储罐按照所需比例输入至所述浆料配置釜内后进行预混后再输入至所述浆料浆料成品釜内进行制浆,形成均匀分散的浆料体系。

[0012] 进一步地,所述浆料成品釜内均设置有浆料搅拌机,保持所述浆料体系均匀分散状态,防止结块。

[0013] 进一步地,所述第一酯化反应釜和/或所述第二酯化反应釜产生的气相进入所述气相循环系统中,经过所述气相分离单元进行分离后再次返回至所述第一酯化反应釜和/或所述第二酯化反应釜中循环再利用;所述气相分离单元包括分馏塔、分凝器、冷凝器和回流罐;所述分馏塔与所述第二酯化反应釜连接;所述分凝器设于所述分馏塔顶部,两者耦合连接;所述分凝器-所述冷凝器-所述回流罐-所述分凝器依次连接形成循环分离系统,气相经所述分馏塔进入所述分凝器内,进入所述循环分离系统多次循环后,醇相返回至所述分馏塔再次利用。

[0014] 进一步地，所述循环分离系统设有回流泵，所述回流泵分别与所述分馏塔和所述分凝器设有调节阀，将所述循环分离系统内的醇相输入至所述气相循环系统或所述循环分离系统。

[0015] 本发明采用卧式的酯化反应釜，将酯化反应釜内分隔为若干个反应段，在反应段内设有搅拌器，使反应段内的反应物料向上溢流后流动至下一级反应段内，来进行酯化反应，以便实现酯化反应的连续进行。

[0016] 通过上述技术方案的运用，本发明与现有技术相比具有下列优点：

[0017] 1.本发明的技术方案采用循环反应器系统，其中的卧式的酯化反应釜，将酯化反应釜分割为若干个反应段，使酯化反应分别在每一个反应段内进行，提高酯化率，实现酯化反应的连续进行；同时酯化反应段内的醇相在蒸发至循环系统进行循环返回至酯化反应釜以补充酯化反应中醇的需要以保证酯化反应的正向进行，从而使该发明可以用于规模化的连续工业生产；同时将酯化后得到的增塑剂排出至缓冲罐中，无需每一批次均进行精制、纯化工序，经过若干批次后集中一次性处理，实现酯化反应釜的持续进行。

[0018] 2.采用本发明的技术方案，基于气相循环系统和所述循环分离系统的循环反应器系统，酯化反应釜能够及时将产生的醇水蒸汽排出，以利于保持酯化反应釜内的反应温度和维持酯化反应的持续进行；同时将醇水蒸汽及时分离后经循环系统返回至反应体系中，以利于保持该反应体系中醇处于过量状态和保证酯化反应的正向进行，从而实现酯化反应的连续进行。

[0019] 3.采用本发明的技术方案物料从第一酯化反应釜的底部进入第二酯化反应釜，反应物料在第二酯化反应釜内的加料过程中通过搅拌充分混合并进行反应，根据反应时间计算停留时间，根据停留时间计算容积，从而保证连续反应，达到连续生产的目的。

[0020] 4.采用本发明的技术方案，所述隔板可采用可拆卸结构，根据需要调整反应段的数量和空间大小，且便于清理、检修。

[0021] 5.本发明的技术方案，与传统的间歇酯化相比能够降低了工人的劳动强度，提升了生产工艺和产品质量的稳定性。

附图说明

[0022] 图1本发明实施例的浆料配置单元结构示意图。

[0023] 图2本发明实施例的连续反应单元结构示意图。

[0024] 图3本发明实施例的气相分离单元结构示意图。

[0025] 其中，图中附图标记分别为：浆料配置釜1；第二反应物料输入端口101；预混搅拌器102；高位储罐2；第一反应物料输入端口201；浆料成品釜3；浆料搅拌器301；浆料输送泵4；第一酯化反应釜5；第一酯化搅拌器501；第一气相出口502；第二酯化反应釜6；隔板601；第二酯化搅拌搅拌器602；第二气相出口603；缓冲罐7；分馏塔8；气相输入端801；分凝器9；液体回流管901；冷凝器10；压力控制阀1001；回流罐11；回流系统12；第一回流泵1201；第二回流泵1202。

具体实施方式

[0026] 本发明提供了一种生产增塑剂的连续酯化的循环反应器系统，包括连续反应单

元、分别与所述连续反应单元连接设置的浆料配置单元、气相分离单元和缓冲罐;连续反应单元包括两个串联设置第一酯化反应釜和第二酯化反应釜,浆料配置单元与第一酯化反应釜连接,反应物料进入浆料配置系统配置后,依次进入第一酯化反应釜和第二酯化反应釜中进行反应,最后进入缓冲罐;气相分离单元分别与第一酯化反应釜和第二酯化反应釜连接并形成形成气相循环系统。

[0027] 酯化反应釜能够及时将产生的醇水蒸汽排出,以便保持酯化反应釜内的反应温度以维持酯化反应的持续进行;同时将醇水蒸汽及时分离后循环系统返回至反应体系中,以便保持该反应体系中醇处于过量状态和保证酯化反应的正向进行。

[0028] 第二酯化反应釜反应后得到的粗产品进入缓冲罐,待多次连续生产制备得到的粗产品累积后在进行产品精制,节约精制的成本。

[0029] 下面结合本发明的具体内容,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明的保护范围。

[0030] 具体地,参阅图1,本实施例的浆料配置单元包括高位储罐2、浆料配置釜1、浆料成品釜3、浆料输送泵4和两个物料输入端口。浆料配置釜1分别与高位储罐2、浆料成品釜3连接,浆料配置釜3与浆料输送泵4连接。物料输入端口分别为第一反应物料输入端口201和第二反应物料输入端口101,第一反应物料输入端口201与高位储罐2连接,第二反应物料输入端口101与浆料配置釜1连接,酸或酸酐经由第一反应物料输入端口201输入至高位储罐2内,与第二反应物料输入端口101输入的醇按照所需的比例一起进入浆料配制釜1内进行预混;预混后的混合物料再经连通管道输送至浆料成品釜3内进行混合制浆得到混合浆料,混合浆料经浆料输送泵4输送至连续反应单元内进行连续酯化反应。

[0031] 进一步地,浆料配置釜1和浆料成品釜3均设有机械搅拌,分别为浆料配置釜1内的机械搅拌为预混搅拌器102,浆料成品釜3内设置的浆料搅拌器301,保持釜内的浆料体系均匀分散状态,防止结块。

[0032] 优选地,浆料搅拌器301包括搅拌轴和固定安装在搅拌轴上有若干层搅拌桨,每层搅拌桨由3个柱型的桨叶构成,搅拌轴与桨叶的夹角为70°～90°。采用该结构的搅拌桨结构,目的是为了增加搅拌的均匀度。

[0033] 参阅图2,为本实施例的连续反应单元,包括两个串联设置第一酯化反应釜5、第二酯化反应釜6和缓冲罐7,浆料配置单元中的浆料输送泵4与第一酯化反应釜5连接,反应物料进入浆料配置系统配置成浆料后,经浆料输送泵4依次进入第一酯化反应釜5和第二酯化反应釜6中进行酯化反应。缓冲罐7与第二酯化反应釜6的卸料口连接,经酯化后得到的增塑剂粗产品排出至缓冲罐7内,经多批次连续生产后集中精制处理,减少精制操作工序的次数。第一酯化反应釜5底部设置有卸料口,卸料口与第二酯化反应釜6底部设置的进料口连接,第一酯化反应釜5将经预酯化的反应物料经卸料口输入至第二酯化反应釜6内。

[0034] 第一酯化反应釜5和第二酯化反应釜6内部设置温度控制仪和压力控制仪,外部设有温度显示器和压力显示器来保持反应温度的稳定。

[0035] 第一酯化反应釜5包括第一气相出口502,第二酯化反应釜6包括第二气相出口603,气相分离单元分别与第一气相出口502和第二气相出口603连接使第一酯化反应釜5、

第二酯化反应釜6和气相分离单元形成气相循环系统，在釜内产生的醇水共沸体系的气相分别通过第一气相出口502和第二气相出口603排出进入气相分离单元，经醇水分离后，醇相可再原路返回至釜内，参与酯化反应。

[0036] 第一酯化反应釜5在反应釜底部设置滤膜，并设有第一酯化搅拌器501。滤膜至少设置于第一酯化反应釜5的卸料口处，避免催化剂随物料进入第二酯化反应釜6内，将催化剂最大程度地保留在第一酯化反应釜5内。优选地，本实施例选用的催化剂为分子筛固体催化剂。

[0037] 第一酯化反应釜5使用蒸汽伴热，保证整个釜的受热均匀。蒸汽伴热采用蒸汽伴管的管道式加热方式均匀铺设于第一酯化反应釜5内壁上。优选地，蒸汽伴管螺旋盘绕在第一酯化反应釜5内壁上。

[0038] 第二酯化反应釜6为水平放置的卧式反应釜，竖直方向内置有若干个隔板601，将第二酯化反应釜6分割成连通的若干个反应段，形成多级的反应区域；隔板601的高度小于所述第二酯化反应釜的内壁直径，使第二酯化反应釜6内的各个反应段保持连通；每个反应段内均设有第二酯化搅拌搅拌器602，反应物料依次在每个反应段内进行酯化反应，经过最后一段反应段后排出第二酯化反应釜进入缓冲罐7。

[0039] 优选地，隔板601至少底端固定设置于所述第二酯化反应釜的内壁，顶端开口，使全部所述反应段的顶部相连通，从而使反应物料能够依次通过上一级的反应段进入下一级的反应段内。反应段内的第二酯化搅拌搅拌器602进行高速搅拌过程中，反应物料在反应段的反应区域内循环流动，随着反应物料的持续输入，循环至顶端的物料经隔板601的上端开口进入下一级反应段内，继续进行酯化反应，如此一级一级向下一级反应段传递。优选地，隔板的数量为3～6个，也即，把第二酯化反应釜内部分成3～6个反应段。第二酯化反应釜6的进料口位于第一级反应段的底部，第二酯化反应釜6的卸料口位于最后一级反应段的底部。

[0040] 再优选地，隔板的高度为第二酯化反应釜6的内径的1/2～2/3。

[0041] 第一酯化搅拌器501和第二酯化搅拌搅拌器602均为机械搅拌器，结构可采用相同结构，也可采用如浆料搅拌器301相同的结构。

[0042] 作为一种优选地实施方式，第一酯化搅拌器501和第二酯化搅拌搅拌器602均设有搅拌叶，搅拌叶上固定设有催化剂储盒，催化剂储盒外壁设有滤孔，随着所述搅拌叶转动，催化剂经所述滤孔排出催化剂储盒，进入第二酯化反应釜内。在第一酯化反应釜5中，在进行酯化反应开始，按照比值将催化剂加入催化剂储盒内，随着搅拌的进行，催化剂进入反应体系中，且由于催化剂一直保留在第一酯化反应釜5内，因此可以无需补充催化剂。

[0043] 第二酯化反应釜6内的催化剂随着反应物料排出，催化剂储盒内的催化剂可根据物料的流通速度进行在线补充添加。优选地，催化剂储盒设有催化剂添加管路，随时补充催化剂。

[0044] 作为一种优选地实施方式，第一酯化搅拌器501和/或第二酯化搅拌搅拌器602搅拌器包括搅拌电机、搅拌轴和搅拌叶，搅拌轴与搅拌电机连接，且自上而下设置在所述酯化反应釜内，搅拌叶设在搅拌轴上，通过搅拌电机来调整搅拌叶的转动速度。

[0045] 参阅图3，为本实施例的气相分离单元，包括分馏塔8、分凝器9、冷凝器10和回流罐11。分馏塔8设有气相输入端801，与第二酯化反应釜6连接；分凝器9设于分馏塔8顶部，两者

连接构成耦合结构，能够进行双向流动，气相经馏塔8和分凝器9的内部通道直接进入。分凝器9内壁设有冷凝水循环，气体在分凝器内部分冷凝后，经液体回流管901回流至分馏塔8内。

[0046] 分凝器9-冷凝器10-回流罐11-分凝器9依次连接形成循环分离系统，气相经分馏塔8进入分凝器9内，从而进入循环分离系统循环后，醇相返回至分馏塔8，可以再次进入连续反应单元参与酯化反应，回收再利用。

[0047] 循环分离系统中，水蒸汽和醇蒸汽经冷凝装置(分凝器9和冷凝器10)后在进行醇水分离装置(回流罐11)实现醇水分离，醇相形成回流醇返回参与酯化反应，水相经回流罐11排出循环分离系统。分凝器9和冷凝器10之间设有压力控制阀1001，调节进入冷凝器10的压力。

[0048] 优选地，回流罐11和分凝器9之间设有回流系统12，回流系统12包括两个并联设置的第一回流泵1201和第二回流泵1202，分别将醇相输送至分馏塔8或分凝器9。

[0049] 利用本实施例进行增塑剂的连续酯化的生产的操作步骤包括：(1)原料输送：将酸或酸酐经由第一反应物料输入端201输入至高位储罐2内，与经第二反应物料输入端101输入的醇一起进入浆料配制釜1内进行预混；预混后的物料再经连通管道输送至浆料成品釜3内进行混合制浆；(2)连续酯化反应：经浆料输送泵4将混合物料输送至第一酯化反应釜5内；在催化剂的作用下，反应物料依次分别在串联的第一酯化反应釜5、第二酯化反应釜6内进行酯化反应，反应后的物料依次经上一级的酯化反应釜中再进入下一级的酯化反应釜中，在第二酯化反应釜6内的反应段内依次进行酯化反应，产物排出至缓冲罐7中；(3)醇相回收再利用：第一酯化反应釜5、第二酯化反应釜6内产生的醇水共沸体系经酯化反应釜的气相出口排出至分馏塔8内，经循环分离系统将醇相与水相分离后再次回收返回至分馏塔中返回至酯化反应釜中继续参与酯化反应，实现过量的醇进行回收处理，形成具有多级结构的循环体系，从而保持酯化反应釜内温度和压力条件在促进酯化反应体系的正向的范围内；同时，能够充分利用过量的醇，并将醇相在气态和液态之间不停循环，降低醇酸比，提高酯化率。

[0050] 酯化反应釜中产生的醇蒸汽和水蒸气分别经由与第一酯化反应釜5和第二酯化反应釜6连接的分馏塔8-冷凝器9内冷凝后，再依次进入冷凝器10-回流罐11进行醇和水的沉降分离；其中，醇相经回流泵1201输入至分馏塔8或冷凝器9，作为回流醇继续使用或再次进入循环分离系统，水相排出至储水罐13内。

[0051] 采用本发明的技术方案，在第一酯化反应釜5中保证酯化率到达90％以上即可进入到第二酯化反应釜6中，经过第二酯化反应釜6的逐级酯化反应后，酯化率可达到99.9％以上。

[0052] 作为优选地实施方式，本发明中的连续酯化单元可以根据实际生产需要进行进行增加串联的酯化反应釜的数量，提高生产效率和酯化率。

[0053] 采用本发明的反应系统，能够将酯化反应分为若干个反应段，逐级反应，从而实现反应的连续性，区别于现有技术中的间歇式酯化工艺，操作简单，降低能耗，从而降低操作和生产成本。

[0054] 对所公开的实施例的上述说明，使本领域专业技术人员能够实现或使用本发明。对这些实施例的多种修改对本领域的专业技术人员来说将是显而易见的，本文中所定义的

一般原理可以在不脱离本发明的精神或范围的情况下，在其它实施例中实现。因此，本发明将不会被限制于本文所示的这些实施例，而是要符合与本文所公开的原理和新颖特点相一致的最宽的范围。

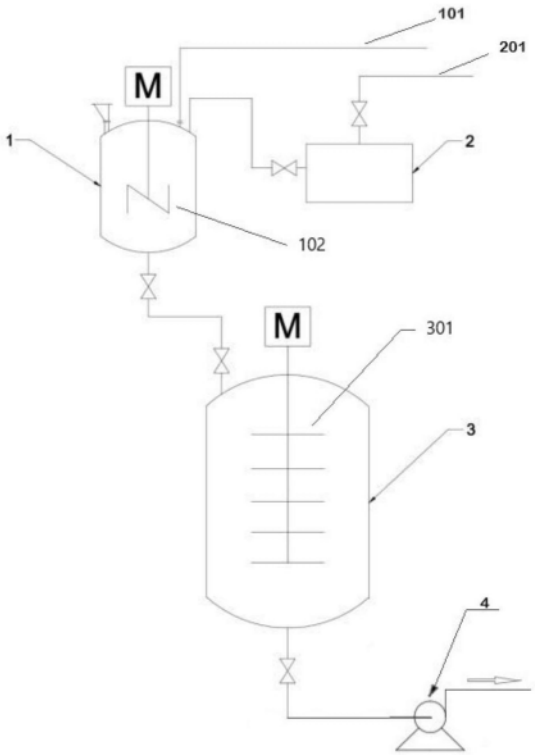


图1

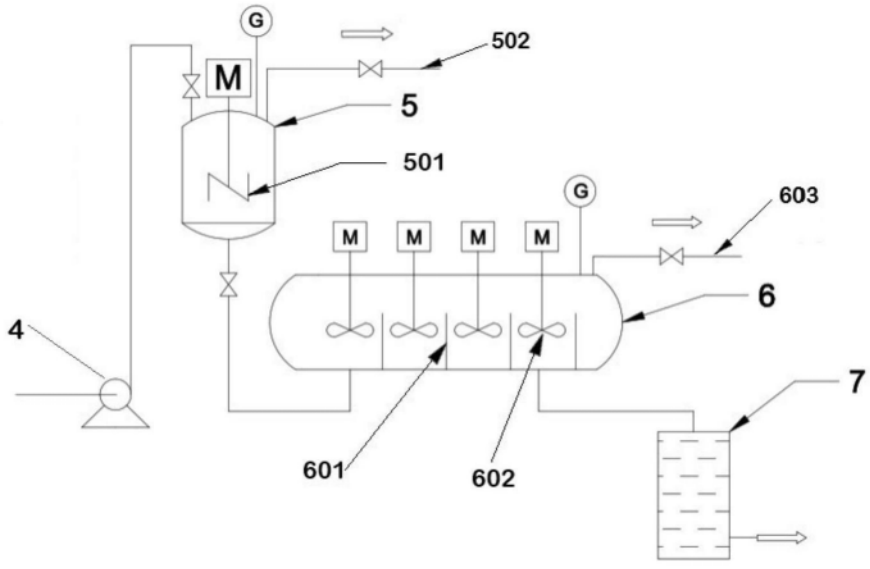


图2

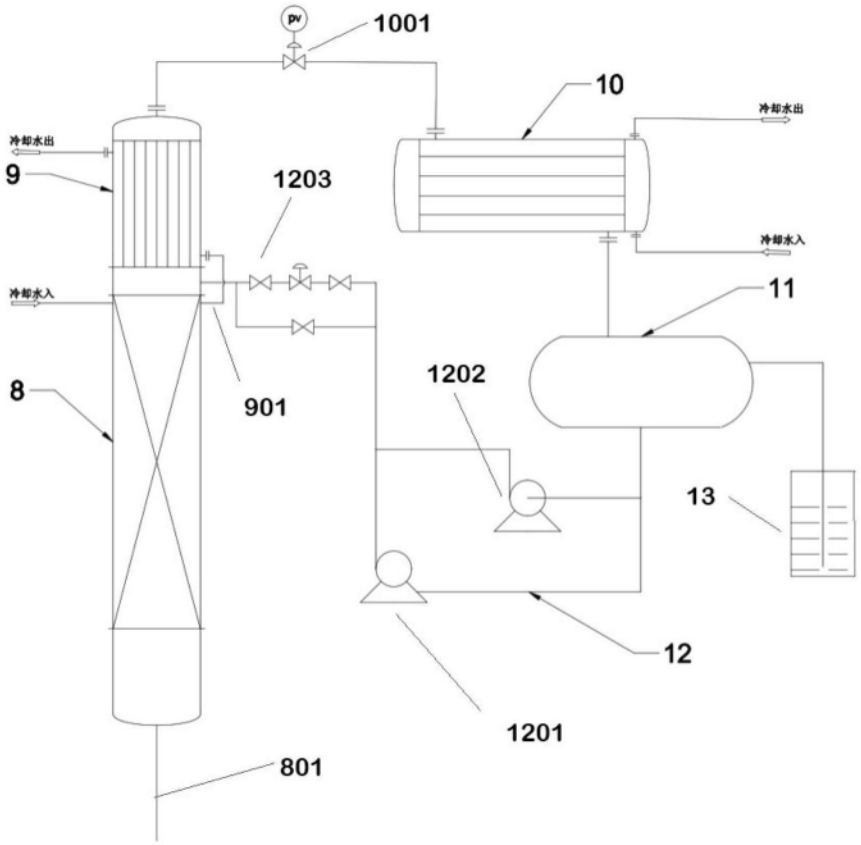

PV
1001
10
冷却水出
冷却水出
9
1203
冷却水入
冷却水入
11
8
901
1202
13
12
1201
801

图3