



(12) 实用新型专利

(10) 授权公告号 CN 205007944 U

(45) 授权公告日 2016. 02. 03

(21) 申请号 201520751796. 4

(22) 申请日 2015. 09. 25

(73) 专利权人 南通凯英薄膜技术有限公司

地址 226407 江苏省南通市如东县洋口镇化学工业园区

(72) 发明人 陈亮 陆建明 赵广昊 钟华春  
程爱民 赵继辉 许建军 刘晓恒  
赵继英

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

代理人 陆金星

(51) Int. Cl.

B01J 4/02(2006. 01)

B01J 8/10(2006. 01)

B01F 7/18(2006. 01)

B01F 15/06(2006. 01)

C08G 73/10(2006. 01)

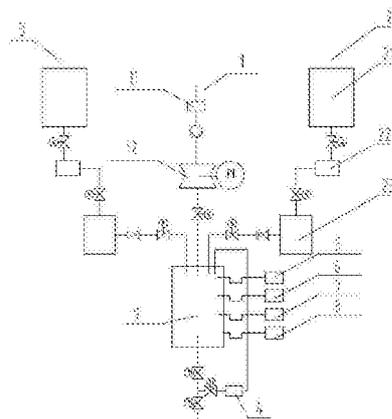
权利要求书1页 说明书5页 附图4页

(54) 实用新型名称

一种用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备

(57) 摘要

本实用新型公开了一种用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备,包括溶剂输送系统、至少2套粉料输送系统、夹套式反应釜、温度传感器、粘度在线检测仪以及自动控制单元;所述溶剂输送系统包括化工溶体输送泵、流量计;所述粉料输送系统包括依次连接的粉料储料仓、粉体输送器以及自动加料装置;所述自动加料装置包括依次连接的料斗、称重传感器、混合器以及粉体推送器;所述粉料储料仓安装有加热装置以及搅拌装置。本实用新型实现了聚酰亚胺树脂生产时自动加料、自动控制,工艺简洁、精度高、效率高。



1. 一种用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备,其特征在于:所述用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备包括溶剂输送系统、至少 2 套粉料输送系统、夹套式反应釜、温度传感器、粘度在线检测仪以及自动控制单元;所述溶剂输送系统包括化工溶体输送泵、流量计;所述粉料输送系统包括依次连接的粉料储料仓、粉体输送机以及自动加料装置;所述自动加料装置包括依次连接的料斗、称重传感器、混合器以及粉体推送器;所述粉料储料仓安装有加热装置以及搅拌装置。

2. 根据权利要求 1 所述用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备,其特征在于:所述粉料储料仓包括不锈钢罐体、加热装置、搅拌装置以及气氛保护装置;所述气氛保护装置由气体输送管与控制阀门组成;所述气体输送管设有出气孔。

3. 根据权利要求 1 所述用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备,其特征在于:所述料斗包括不锈钢筒体、加热装置。

4. 根据权利要求 2 或者 3 所述用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备,其特征在于:所述加热装置为带有温控器的柔性加热器。

5. 根据权利要求 3 所述用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备,其特征在于:所述不锈钢筒体为锥形不锈钢筒体。

6. 根据权利要求 1 所述用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备,其特征在于:所述自动控制单元由监测单元、程序控制器、操作屏组成。

7. 根据权利要求 1 所述用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备,其特征在于:所述用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备还包括压滤机。

8. 根据权利要求 1 所述用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备,其特征在于:所述用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备还包括压力传感器与电流互感器。

9. 根据权利要求 1 所述用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备,其特征在于:所述自动加料装置还包括带有防倾块的支架。

10. 根据权利要求 1 所述用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备,其特征在于:所述用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备还包括电磁阀、止逆阀、电动阀中的一种或者几种。

## 一种用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备

### 技术领域

[0001] 本实用新型属于有机合成溶液聚合设备领域,具体涉及一种用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备。

### 背景技术

[0002] 聚酰亚胺材料以其优异的耐高/低温、耐辐射、耐候等以及优异的电气性能,而广泛用于电线、电缆、石油工业、航空航天等领域。

[0003] 聚酰亚胺材料的制备方法很多,但无论哪一种方法,均需要使用反应器首先制备出聚酰亚胺树脂,而目前常规的制备聚酰亚胺树脂方法是在间歇式反应釜内,通过人工不断加入规定的原料。这种方法虽然易于实施,但加料的时间间隔、加料量受人为因素影响较大,其生产工艺的控制很难做到稳定,批次之间波动较大,因此为后续加工带来很大麻烦,进而影响产品质量。另外,这种方式,在加料时有大量粉尘,溶剂散逸到环境中,对环境造成了一定污染,也对工人健康产生一定影响。

[0004] 用于制备聚酰亚胺树脂的原料为二胺与二酐,易受潮结块,拆封后容易堵塞出料口,也不宜用管道输送,不适用现有加料设备;目前,对聚酰亚胺树脂的要求越严越高,人工成本越来越大、环保要求更加严格,迫切需要研发一种高效率、高精度、安全环保的自动加料控制设备。

### 发明内容

[0005] 本实用新型的目的是提供一种用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备,其工艺简洁、精度高、效率高,克服了人工加料不安全、不稳定的缺陷,具有广阔的工业应用前景。

[0006] 本实用新型首次以化工输送泵、粉体输送器等设备将原料定量输送至反应釜或者储料仓内,通过精密的推送装置实现了合成时原料的定量、定时加入;同时通过温度传感器、称重传感器、粘度在线测试仪等对反应过程进行不间断监控;最终保证了产物品质的稳定性。

[0007] 为达到上述发明目的,本实用新型采用的技术方案是:

[0008] 一种用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备,包括溶剂输送系统、至少 2 套粉料输送系统、夹套式反应釜、温度传感器、粘度在线检测仪以及自动控制单元;所述溶剂输送系统包括化工溶剂输送泵、流量计;所述粉料输送系统包括依次连接的粉料储料仓、粉体输送器以及自动加料装置;所述自动加料装置包括依次连接的料斗、称重传感器、混合器以及粉体推送器;所述粉料储料仓安装有加热装置以及搅拌装置。

[0009] 本实用新型各装置之间通过管道连接,同时在管道上设置止逆阀、电动阀或者电磁阀,本领域技术人员可以根据需要设置阀门种类以及数量,从而可以通过自动控制单元控制阀门开闭,用于原料传输。

[0010] 本实用新型中,夹套反应釜为制备聚酰亚胺树脂的场所,所有原料都加入其中,其包含多个进料口以及检测口、观察口。溶剂、粉料、粉体通过管道独立的、可控的、自动的添

加入反应釜中,流量计、粉体推送器分别通过管道与反应釜进料口连接。为了滤除溶液中的杂质,提高反应纯度,保证产物性质,本实用新型还包括压滤机,其位于反应釜下方。为了实时得到反应参数以及反应进程,本实用新型还设置压力传感器、电流互感器,监测数据传送至控制单元。

[0011] 上述技术方案中,所述粉料储料仓含有不锈钢罐体、加热装置、搅拌装置以及气氛保护装置;所述不锈钢罐留有出气口、进料口、出料口,并安装搅拌装置;所述搅拌装置可以为常规搅拌器;所述加热装置为带有温控器的柔性加热器;不锈钢罐体外围包覆柔性加热器,有效避免原料吸潮、结块;搅拌装置的设置进一步改善粉料的加热的均匀性,提高防潮效果;所述气氛保护装置由气体输送管与控制阀门组成,其中气体输送管穿过不锈钢罐体后与控制阀门连接,接受保护气源,气体输送管位于不锈钢罐体内的部分设有出气孔,用于向不锈钢罐体输送保护气体;使用气体保护有效降低了罐体内氧气含量,从而避免物料被缓慢氧化、或受潮。

[0012] 上述技术方案中,自动加料装置所有与物料接触的部件均使用 316L 不锈钢材料制成,包括依次连接的料斗、称重传感器、混合器以及粉体推送器;所述料斗由锥形不锈钢筒体以及柔性加热器组成,柔性加热器带有温控,可以与粉料储料仓的加热装置一致,包覆在锥形筒体外侧;所述自动加料装置还包括支架,用以支撑相关设备;所述称重传感器固定在支架上,位于料斗出料口下方;粉体原料存贮在粉料储料仓,使用时经过粉体推送器进入锥形不锈钢料斗中,从料斗出料口经过称重传感器称重后进入混合器,然后在粉体推送器作用下进入夹套反应釜中。

[0013] 本实用新型中,通过称重传感器可以准确控制加料量;混合器自带搅拌装置,在粉体进入粉体推送器之前通过混合器,对物料进行粉碎、分散,避免大块物料进入粉体推送器,造成堵塞或者进料不均匀。自动控制单元,则根据分析反应参数如温度、粘度、电流等,通过各阀门、推进器等控制加料速率以及反应温度;同时控制单元将这些参数不断与设定终点参数比较,当达到反应终点时,结束投料,并发出生产结束提示。

[0014] 上述技术方案中,料斗、粉料储料仓使用的加热装置为柔性加热器,加温均匀、控温方便;所述自动控制单元由监测单元、程序控制器、操作屏组成,可以根据反应情况控制原料的添加;程序控制器为常规模控器,可市购。

[0015] 一般的,生产聚酰亚胺树脂的原料为两种粉体,选用 2 套粉料输送系统即可满足需要,当需要添加其他特殊组分时,本领域技术人员可以根据需要选择 2 套以上粉料输送系统。

[0016] 生产时,二甲基乙酰胺从溶剂储槽中通过化工溶体输送泵、流量计定量注入反应釜内,并通过粉料输送系统将密封保存的二胺粉料以一定的速度加入装有二甲基乙酰胺的反应釜内,搅拌一定时间,将二胺充分溶解;使用压滤机对溶解好的二胺进行过滤,除去原料及系统中的固体杂。然后使用另一套粉料输送系统向含有二胺溶液的反应釜内分批定量加入二酐,并控制反应参数,反应得到聚酰亚胺树脂。

[0017] 聚酰亚胺树脂合成时,其品质受到加料方式、加料速度、反应温度以及反应时间的影响,而二酐加料的均匀性显得尤为重要,直接关系到反应的速率,进而影响聚酰亚胺树脂的分子量及分子量分布,加入速度快或者不均匀,将使聚合反应局部剧烈,分子量迅速上升,加大了分子量分布的宽度,降低了分子活性,从而影响后续反应。目前常规的加料方式,

却无法有效避免这种缺陷,造成最终聚酰亚胺树脂批次间稳定性差,进而影响最终产品的质量;同时,目前人工加料是开放式,大量原料散逸到空气中,对环境造成一定污染。本实用新型的自动加料设备自动加料操作简便,合成的树脂质量稳定、整个合成过程完全自动化,取得了意想不到的效果。

[0018] 由于上述技术方案运用,本实用新型与现有技术相比具有下列优点:

[0019] 1. 本实用新型首次公开了能够将制备聚酰亚胺树脂所使用的原材料完全使用自动化方式输送的自动加料设备,避免物料被二次污染,进而利于后工序的自动化,保证聚酰亚胺树脂的品质稳定;使聚酰亚胺树脂的合成实现自动化成为可能,大大提高生产效率,降低成本。

[0020] 2. 本实用新型公开的用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备中,首次在原料使用或存储时用加热和气氛保护的方式,避免物料吸潮变质,保证了原料的纯度与反应活性。

[0021] 3. 本实用新型公开的用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备精度高,称重传感器、混合器等可以实现更为精准的加料工艺,同时避免粉料结块,有利于反应均匀、可控的进行,从而大大提高了反应釜内反应的均匀性,保障了产物聚酰亚胺树脂的品质均匀性。

[0022] 4. 本实用新型公开的用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备为封闭系统,组成合理,符合当代绿色化学发展的要求和方向;并且可以高精度的控制聚酰亚胺树脂的质量;制备产品时工艺简单、生产效率高,得到的产品均匀性好、品质高,适于自动化工业生产。

## 附图说明

[0023] 图 1 为实施例一中用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备的结构示意图;

[0024] 图 2 为实施例一中粉料储料仓的结构示意图;

[0025] 图 3 为实施例一中自动加料装置的结构示意图;

[0026] 其中,1、溶剂输送系统;11、化工溶体输送泵;12、流量计;2、二胺粉料输送系统;21、粉料储料仓;211、不锈钢罐体;212、气体输送管;213、加热装置;214、搅拌装置;215、控制阀门;216、出气孔;22、粉体输送器;23、自动加料装置;231、料斗;232、柔性加热器;233、支架;234、称重传感器;235、防侧倾块;236、混合器;237、粉体推送器;238、粉体推送器出料口;3、二酐粉料输送系统;4、压滤机;5、粘度在线检测仪;6、压力传感器;7、温度传感器;8、电流互感器;9、夹套式反应釜;

[0027] 图 4 为本实用新型设备与现有技术制备的聚酰亚胺树脂的粘度批次变化图。

## 具体实施方式

[0028] 下面结合附图以及实施例对本实用新型作进一步描述:

[0029] 实施例一 用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备

[0030] 如图 1~3 所示,本实施例用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备包括溶剂输送系统 1、二胺粉料输送系统 2、二酐粉料输送系统 3;所述溶剂输送系统 1 包括化工溶体输送泵 11、流量计 12;所述二胺粉料输送系统 2 包括通过管道依次连接的粉料储料仓 21、粉体输送器 22 以及自动加料装置 23;所述自动加料装置包括依次连接的料斗 231、称重传感器 234、混合器 236 以及粉体推送器 237;化工溶体输送泵连通溶剂储槽(现有技术,图中未标出)与流量计 12;流量计 12、粉体推送器 237 分别通过管道与夹套式反应釜 9 连接,使得物

料可传输至反应釜中；所述二酞粉料输送系统 3 包括通过管道依次连接的粉料储料仓、粉体输送器、料斗、称重传感器、混合器以及粉体推送器；流量计、粉体推送器分别通过管道与夹套式反应釜连接，使得物料可传输至反应釜中。物料传输管道上根据需要设置止逆阀、电磁阀以及电动阀，控制物料传输状态，防止物料回流，为了附图标记简洁，省略常规阀门的标注。二胺粉料输送系统与二酞粉料输送系统组成与结构一致，为了附图标记简洁，省略二酞粉料输送系统的标注。

[0031] 夹套反应釜下方设有压滤机 4，可有效过滤溶液杂质，保证反应纯度；还设有粘度在线检测仪 5、压力传感器 6、温度传感器 7、电流互感器 8，可以实时检测反应进程，测得信号传输至自动控制单元，自动控制单元可以控制阀门的开闭、化工溶体输送泵、粉体输送器、粉体推送器的开关，可以实现根据反应实际情况，物料自动添加。

[0032] 自动控制单元由监测单元、程序控制系统、操作屏组成，可以根据反应情况控制原料的添加；程序控制系统为常规程控器，可市购；本领域技术人员可以根据实际空间位置设置自动控制单元，为了附图标记简洁，本实施例附图未表示。

[0033] 上述粉料储料仓 21，包括不锈钢罐体 211、加热装置 213、气氛保护装置以及搅拌装置 214。气氛保护装置由气体输送管 212 与控制阀门 215 组成，气体输送管设有出气孔 216；其中气体输送管穿过不锈钢罐体后与控制阀门连接，接受保护气源，使用气体保护有效降低了罐体内氧气含量，从而避免物料被缓慢氧化、或受潮。不锈钢罐体 211 留有进料口、防粉尘排气口以及出料口；加热装置 213 为带有温控器的柔性加热器，包覆在不锈钢罐体外围；有效避免原料吸潮、结块；搅拌装置 214 的设置进一步改善粉料的加热的均匀性，提高防潮效果，其为常规搅拌器。各口均安装有电磁阀或者电动阀，并通过控制单元控制出料、加料的条件。

[0034] 料斗 231、支架 233、称重传感器 234、混合器 236 以及粉体推送器 237 构成自动加料装置 23；料斗 231 由锥形不锈钢筒体以及柔性加热器 232 组成，柔性加热器包覆在锥形筒体外侧；锥形不锈钢筒体顶部留有防粉尘排气口及进料口，其中进料口与粉料储料仓 21 的出料口通过粉体输送器 22 连接，可输送原料；支架 233 可以安置相关设备，节约地方，整齐划一，设有防侧倾块 235，防止自动加料装置在震动时侧倾。所述称重传感器 234 位于料斗 231 出料口下方。原料进入锥形料斗后，在加热的保护下，避免受潮变质；通过称重传感器及粉体推送器精确控制加入速度和加入量，物料通过粉体推送器 237 的出料口 238 进入反应釜。混合器与粉体推送器受同一减速机分别控制（一进两出），减速机由电动马达控制。由于加入高精度称重单元以及可控推送器，程序自动分析反应过程，使得合成时，根据合成情况自动调节加入量，最终使得树脂合成更加稳定，质量更高。

[0035] 二甲基乙酰胺通过溶剂输送系统，定量注入反应釜内，通过二胺粉料输送系统将密封保存的二胺粉料以一定的速度加入装有乙酰胺的反应釜内，搅拌一定时间，将二胺充分溶解，使用压滤机对溶解好的二胺进行过滤；然后通过二酞粉料输送系统分批加入二酞，并控制反应参数，得到聚酰亚胺树脂。

[0036] 聚酰亚胺树脂的制备

[0037] 采用上述设备，首先将 950KgN，N-二甲基乙酰胺，输送至反应釜内，通过二胺粉料输送系统向溶剂内一次性加入 4，4-二氨基二苯醚 113.74kg，搅拌 40 分钟；使用压滤机对溶解好的二胺进行过滤；然后使用二酞粉料输送系统向含有二胺溶液的反应釜内分批分阶

段加入均苯四甲酸二酐,具体加料工艺如表 1。

[0038] 表 1 二酐加入工艺

[0039]

第一阶段	0-60 分钟	二酐加入速度为 : $60 \pm 0.5$ kg/h
第二阶段	60-150 分钟	二酐加入速度为 : $45 \pm 0.5$ kg/h
第三阶段	150-240 分钟	二酐加入速度为 : $15 \pm 0.5$ kg/h
第四阶段	240-300 分钟	二酐加入速度为 : $4 \pm 0.2$ kg/h

[0040] 本反应为放热反应,随着二酐的不断加入,反应釜温度逐渐上升,粘度不断增大,搅拌电机受到的阻力越来越大,自动控制单元则根据收集到的数据,不断分析,并调整冷却水、物料的加入量;同时将参数与终点参数比对,当达到规定终点条件时,发出提示信息,合成结束。

[0041] 终点控制条件:树脂粘度  $50 \pm 5$ Pa. s,温度  $60 \pm 1$ °C。合成结束时,使用 NDJ-4 旋转粘度计,再次测试树脂粘度若为  $50 \pm 5$ Pa. s,确认合成结束。

[0042] 树脂的粘度在一定程度上反应了聚酰亚胺分子量的大小,因此在生产中一般使用测试更为便捷的粘度测试表征树脂的分子量。如图 4 所示,统计现有加料方式和本发明的自动加料方式所制备的聚酰亚胺树脂的粘度,可以看出通过本实例制备的聚酰亚胺树脂,批次间稳定性更高,受到人为因素影响小,完全自动化控制,最终使得制备的聚酰亚胺树脂质量更高,操作更为便捷。

[0043] 实施例二 用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备

[0044] 本实施例的设备主体结构 with 实施例一近似,包括溶剂输送系统、二胺粉料输送系统、二酐粉料输送系统;其中料斗不含加热装置,实际应用时,粉料少许结块,需要加大混合器的功率,同时增加压滤次数,操作复杂性高于实施例一的设备,但是制备的聚酰亚胺产品批次品质也远优于现有技术。

[0045] 实施例三 用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备

[0046] 本实施例的设备主体结构 with 实施例一近似,包括溶剂输送系统、二胺粉料输送系统、二酐粉料输送系统;其中粉料储料仓不含气氛保护装置,实际应用时,粉料少许结块,需要加大混合器的功率,同时增加压滤次数,操作复杂性高于实施例一的设备,但是制备的聚酰亚胺产品批次品质也远优于现有技术。

[0047] 实施例四 用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备

[0048] 本实施例的设备主体结构 with 实施例一近似,包括溶剂输送系统、二胺粉料输送系统、二酐粉料输送系统;其中含有 3 套粉料输送系统,实际应用时,第 3 套粉料输送系统用于加入填料改性剂,需要增加压滤次数,制备的聚酰亚胺产品批次品质也远优于现有技术;特别是解决了现有含填料聚酰亚胺树脂存在的填料易集聚、易产生应力集中点的难题。

[0049] 实施例五 用于制备聚酰亚胺树脂的自动加料设备

[0050] 本实施例的设备主体结构 with 实施例一近似,包括溶剂输送系统、二胺粉料输送系统、二酐粉料输送系统;其中不含压滤机,实际应用时,需要加大搅拌装置以及混合器的功率,操作耗能、噪音高于实施例一的设备,但是制备的聚酰亚胺产品批次品质也远优于现有技术。

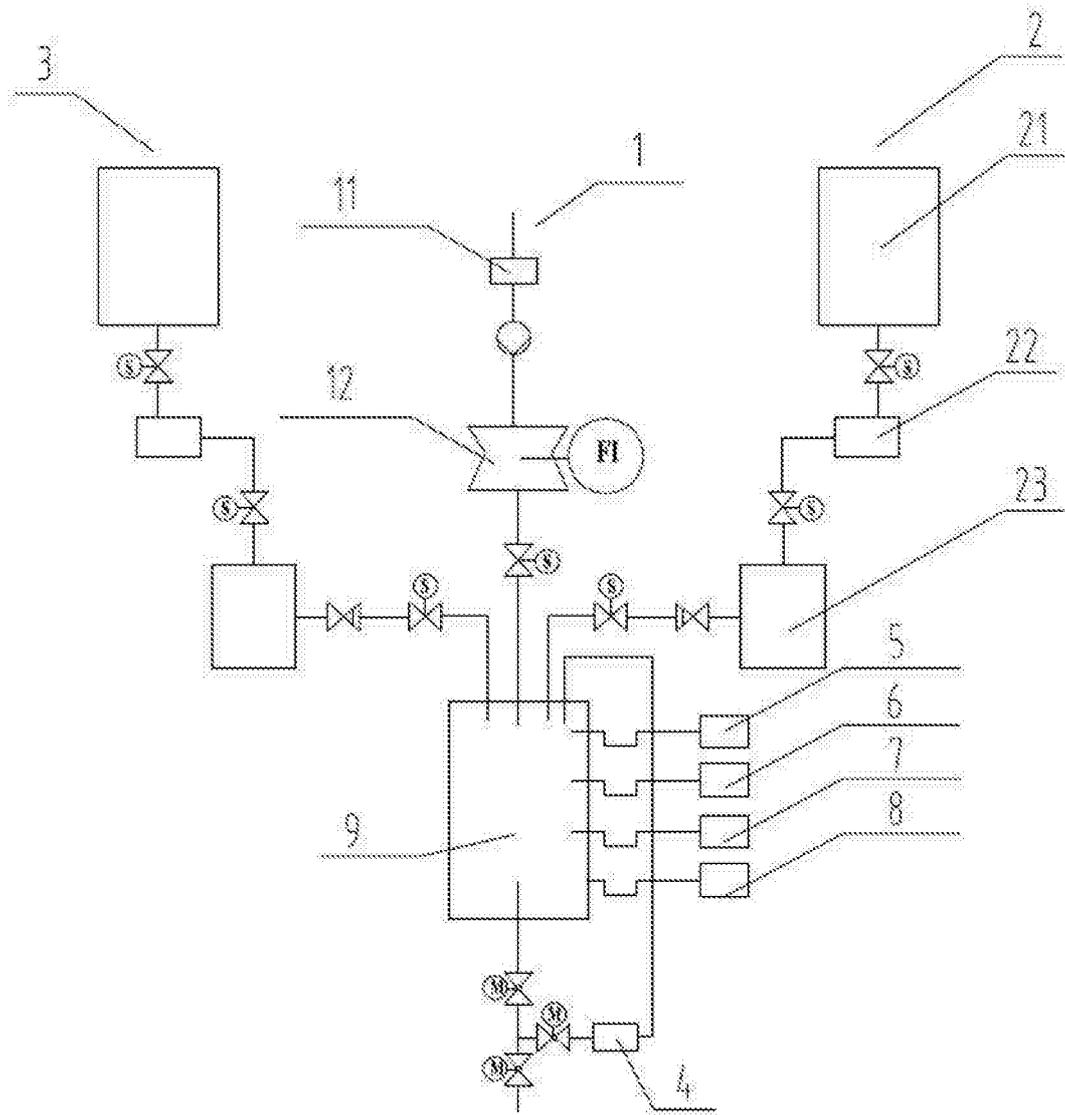


图 1

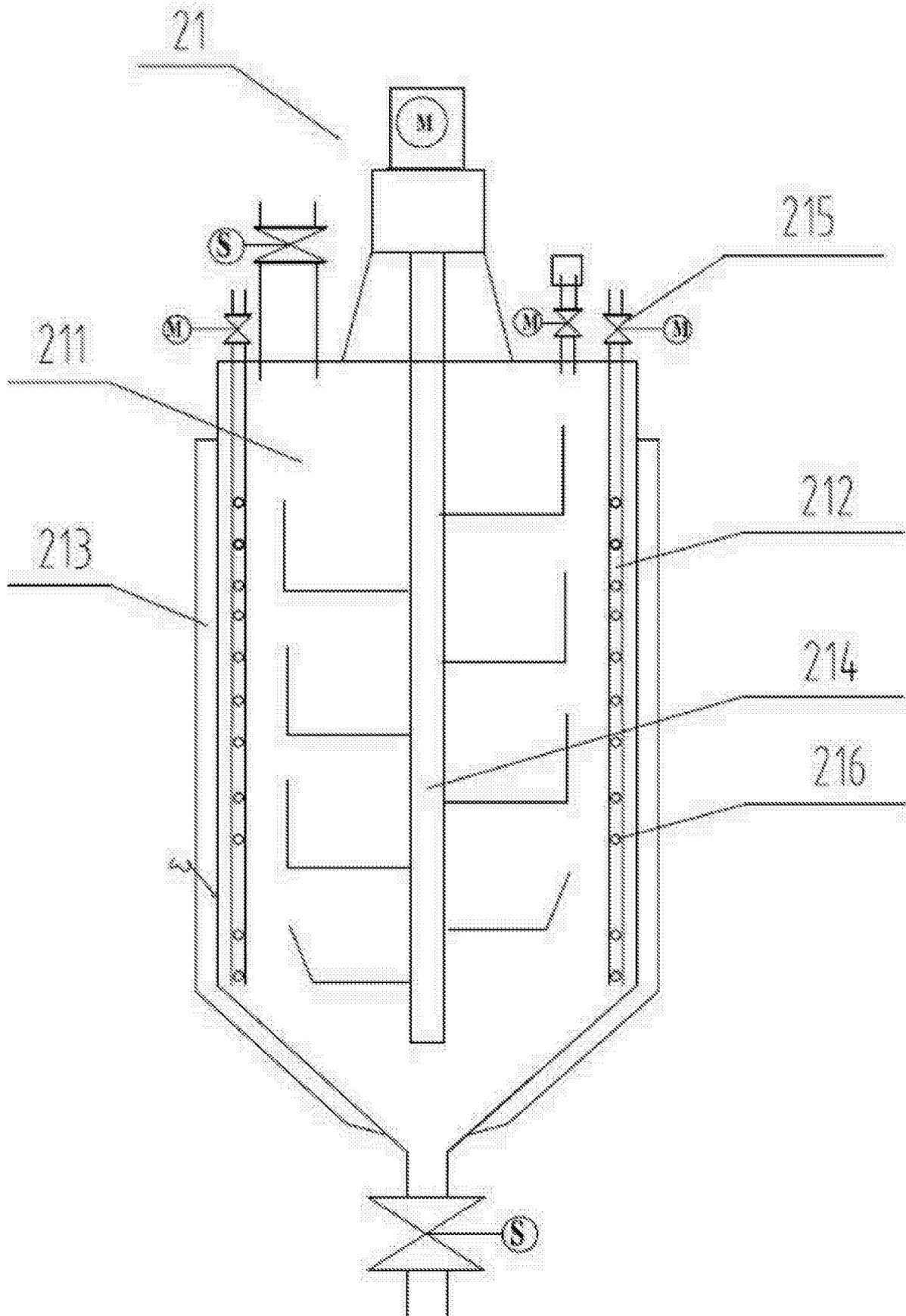


图 2

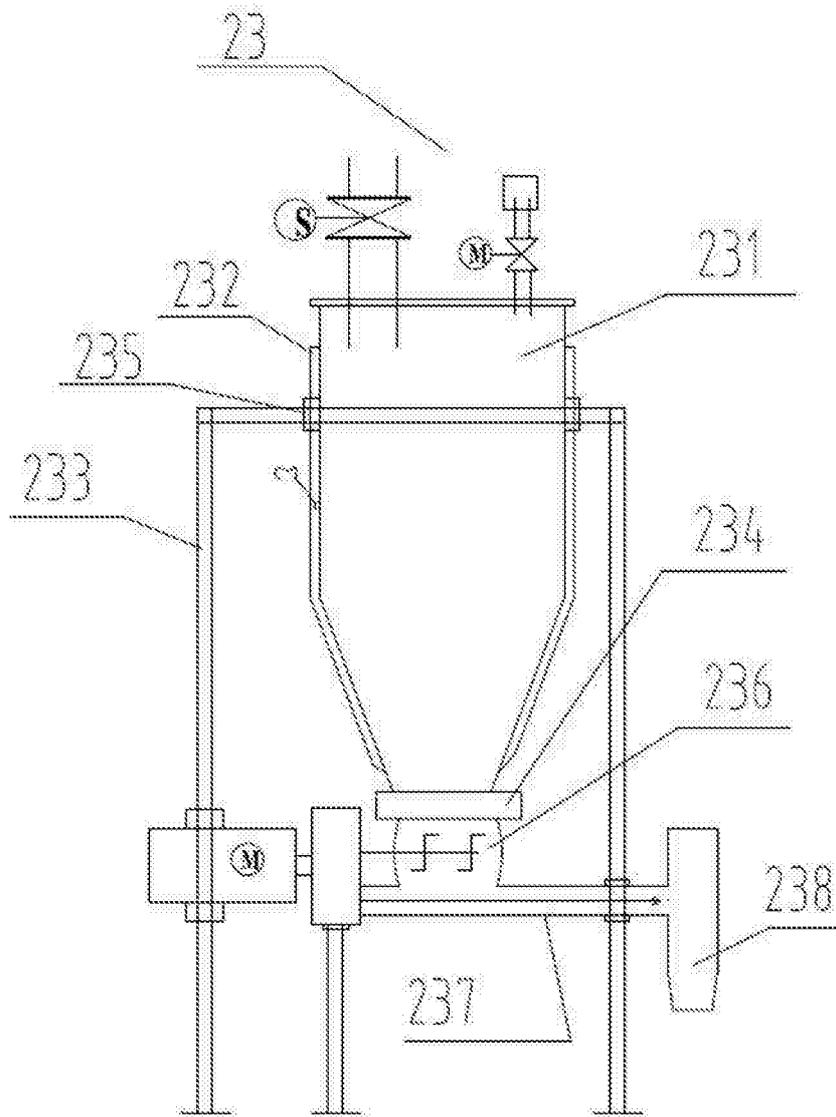


图 3

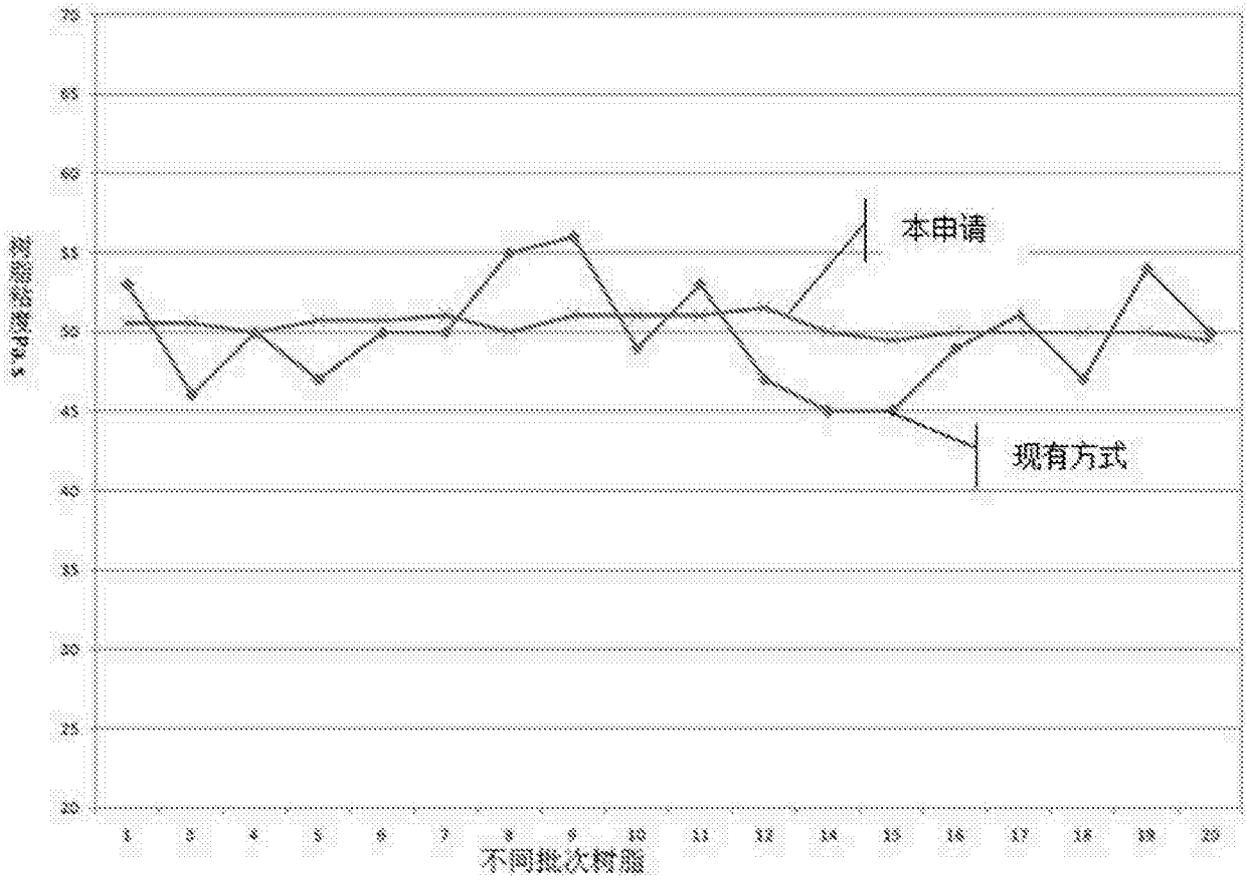


图 4