

# 毕业论文

课题：        PBT 树脂的生产工艺及控制        

专        业                高聚物生产技术        

学 生 姓 名                黄正中        

班        组                高化 0911        

学        号                \*\*\*\*\*        

指 导 教 师                侯文顺        

完 成 日 期                2011-10-17

第一章 概述.....	1
1.1PBT 的生产历史与现状 .....	1
1.2PBT 的理化性能 .....	1
1.3PBT 生产工艺与技术 .....	2
第二章 PBT 的生产工艺 .....	5
2.1PBT 聚合反应机理 .....	5
2.2直接酯化法合成 PBT 的工艺流程.....	6
2.3生产工艺 .....	7
第三章 PBT 的质量控制.....	17
3.1酯化反应工艺参数的控制.....	17
3.2工艺塔的控制.....	19
3.3预缩聚反应器的工艺控制.....	19
3.4最终缩聚反应工艺参数的控制.....	20
3.5脱盐水循环系统的控制	

## 1. 1 国内外 PBT 的发展历史和生产现状

### 1.1.1 世界 PBT 生产历史与现状

PBT 全称是聚对苯二甲酸丁二酯,是一种直链非饱和热塑性聚酯,具有优良的物化特性,与聚酰胺(PA),聚碳酸酯(PC),聚甲醛(POM)和改性聚苯醚(mPPO)成为五大通用工程塑料。

早在 1942 年,德国 P.Schack 就在实验室里合成了 PBT 树脂。1970 年美国 Celanese 公司首先将之推向市场,起初商品名为 X-917,够称为 CELEX。其后,伊斯曼公司,GE 公司以及德国的巴斯夫公司也相继投入生产。

由于 PBT 具有优良的综合性能,自 1970 年问世以来,得到了迅速的发展,在五大工程塑料中,PBT 的年增长率是最高的,1992 年全世界生产能力已到达 25.3 万吨。随着生产技术的进步和完善,新的应用的市场的开发,预计今后 PBT 的生产仍将会以较高的速度增长。

### 1.1.2 中国 PBT 生产历史与现状

我国对 PBT 聚合物的研究始于 80 年代初,有上海涤纶厂的试制生产,上海树脂所与吴淞化工厂协作的 50 t/a 中试,以及后来北京市化工研究院的 400 t/a 中试。生产装置的能力充其量不超过 1000 t,用量也不多。但随着国民经济的发展,市场需求量的增加,我国 PBT 生产能力迅速增大。1994 年南通合成材料厂 5000 t/a 连续法(DMT 路线)PBT 树脂生产装置建成投产,成为亚洲第一套连续酯交换法 PBT 树脂生产装置。与此同时,北京泛威工程塑料公司 3 条 PBT 树脂缩聚生产线(间歇式 DMT 路线)和 4 条从西德引进的 PBT 选粒设备生产线相继建成投增加的 PBT 生产装置和后加工生产装置,这样到 1997 年底,我国 PBT 树脂生产装置和改性 PBT 生产装置的能力分别达到 4.7 万 t/a 和 4.35 万 t/a,而且整个 PBT 的需求量不断增加。

## 1. 2 PBT 的理化性能

### 1.2.1 PBT 的理化性能

PBT 工程塑料具有优良的耐热性,分别表现为高熔点、高变形温度、高连续使用温度和优良的热稳定,易于制成达到要求的阻燃品种;机械强度高,在工程

塑料中名列前茅，有优良的电气性能和耐候性；高弹性，低吸收性，饱和吸湿后对机械、电器及尺寸稳定性的影响小，低摩擦，耐磨耗；具有优良的耐化学药品性。除了热水和碱外，PBT 工程塑料对大多数化学药品都呈惰性；由于流动性好、易加工、成型周期短、制品表面光滑并具有光泽，可制成薄壁和形状复杂的制品。所在单位产品具体技术指标如表 1-1 所示。

表 1-1 PBT 树脂产品的技术指标

物理性能	状态	乳白色的颗粒
	密度	1.32g/cm <sup>3</sup>
	吸水率	0.1%
	成型收缩率	1.5-2%
	玻纤含量	0.2-0.9%
力学性能	摩擦系数	0.3-0.4
	熔点	大于（或等于）225℃
	弯曲强度	95MPa
耐化学药品性	除热水和碱外，PBT 工程塑料对大多数化学药品都呈惰性	
结晶度	经 X 射线衍射测定，PBT 树脂相对结晶度均稳定在 50℃左右	

### 1.3 PBT 的生产工艺与技术选择

当今世界上主要有以下两条工艺路线：一条是酯交换法（DMT 法）；另外一条是直接酯化法（PTA 法），我公司 PBT 生产采用 PTA 法。

#### 1.3.1 PBT 树脂的生产工艺路线

##### 1、酯交换法

这种方法先由对苯二甲酸二甲酯（DMT）和 1，4-丁二醇（BD）经过酯化反应生成 BHBT 和甲醇，单体 BHBT 进一步聚合生成 PBT，同时脱出 BD，又因 BD 脱水（H<sub>2</sub>O）环化而生成副产物四氢呋喃（THF）。本工艺可分为间歇法和连续法两种。将熔融 DMT 和 BD 送入反应器，在催化剂的作用下，进行酯交换反应和预聚合反应。酯交换过程中，大部分甲醇及 THF 馏出，酯交换结束后，生成物即为单体（BHBT），经过过滤。除去机械杂质后进行缩聚反应，在高温减

压下进行预缩聚。最后，在高真空下缩聚，达到所需要的黏度。在冷凝器中分离出 BD 可供回收，但甲醇和 THF 因分离困难，只能作焚烧处理。缩聚完毕即用釜底的齿轮泵将料送至切粒机冷却切粒，干燥后称重包装，此法生产的 PBT 树脂的最大特性黏度可达 1.25dl/g。

## 2、直接酯化法

这种方法先由 PTA 和 BD 经过酯化反应生成 BHBT 和水，单体 BHBT 进一步聚合生成 PBT，同时脱出 BD，又因 BD 脱水环化而生成副产物 THF。

### 1.3.2 PTA 法与 DMT 法的比较

早期，由于 PTA 法的主要原料对苯二甲酸（PTA）的纯度不够，导致直接酯化速度慢，反应温度高，副产物 THF 多（最高可达 37%），原料单耗大，生产成本低，因此 PBT 的生产大多采用 DMT 法。但是随着高纯度的 PTA 的出现和直接酯化高效的催化剂的开发，PTA 法便逐渐显示出其独特的优越性，两者各类消耗值如表 1-2 所示。

表 1-2 PTA 和 DMT 法消耗值的比较

项目	DMT 法（连续）	PTA 法（连续）
原料消耗	DMT: 885kg/t	PTA:753kg/t.PBT
	BD:442kg/t.PBT	BD:470kg/t.PBT
副产物	甲醇 (<95%=290kg/t	THF(>99.5%)40kg/t
	THF (<40%=21kg/t	

相对于 DMT 法而言，PTA 法消耗 PTA 量较少，BD 的单耗 PTA 法虽然较 DMT 法高，但实际其中有 50kgBD 生产了 THF。在 PTA 法中 THF 与 H<sub>2</sub>O 易于分离、提纯方便，THF 本身也具有较高的经济价值，是制药、溶剂等行业重要原料之一；而 DMT 法的主要副产物甲醇和 THF 则难于提纯，经济效益很难提高。因此相对而言，PAT 法较 TMD 法有较大的优越性。随着近年来，PTA 的生产日益增高，远较 DMT 易得，PAT 法将是今后 PBT 生产的主要方式，也是 PBT 今后发展的主流方向。

## 第二章 PBT 的生产工艺

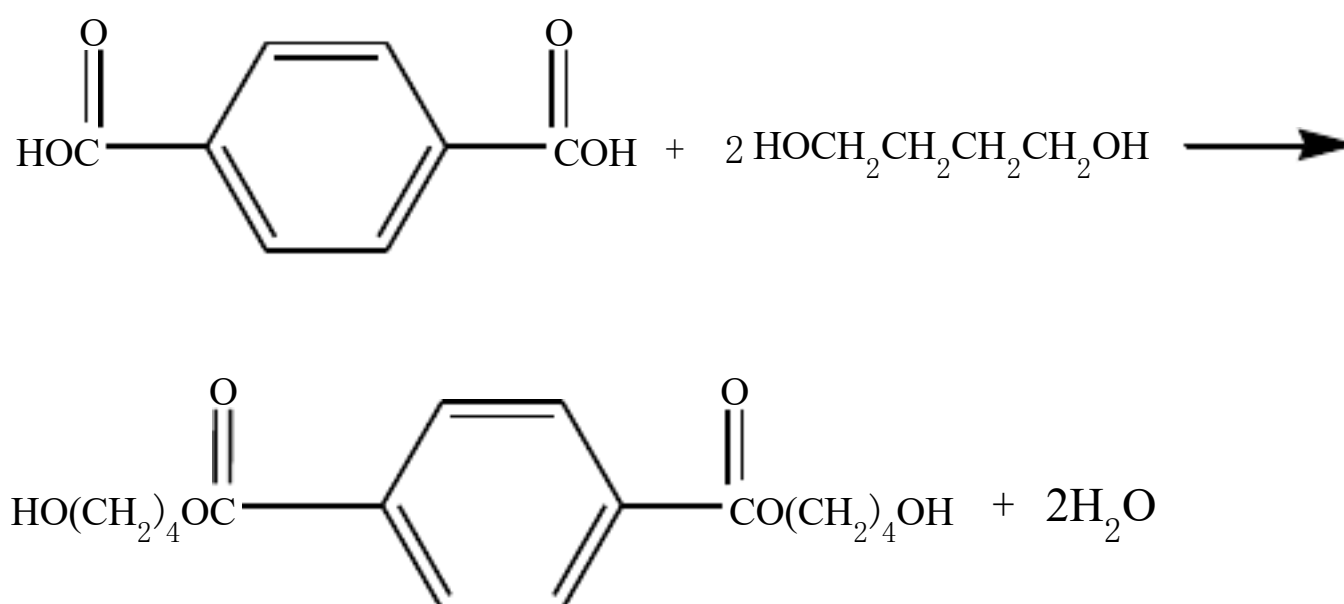
PBT 的制备主要经过两个主要步骤：酯化反应和缩聚反应。先由 PTA 和 BD 经过酯化反应生成 BHBT 和 H<sub>2</sub>O，单体 BHBT 进一步聚合生成 PBT，同时脱出

BD，又因 BD 脱水环化而生成副产物 THF。

## 2. 1 PBT 聚合反应机理

### 2. 1. 1 酯化反应机理

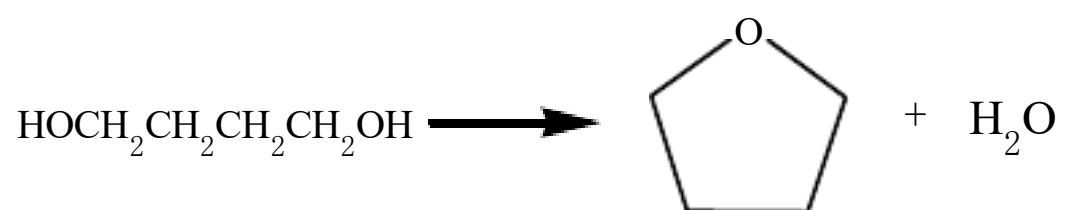
直接酯化反应是这样进行的，粉末状的 PTA 溶解于 BD 中，已熔的 PTA 和 BD 在高温下酯化反应生成 BHBT，该反应为可逆反应。



由于 PTA 其在 BD 中的溶解度很小，且无确定的熔点，仅在 402℃ 升华，而 BD 沸点仅为 230℃，大大低于 PTA 的升华点，所以上述反应体系属于固液非均相体系，反应主要发生在已溶解的 PTA 与 BD 之间，反应速度慢。反应刚开始时，溶液中 PTA 总是处于饱和状态，反应速度与 PTA 和 BD 的配置浓度无关，一直向生成的 BHBT 方向进行。

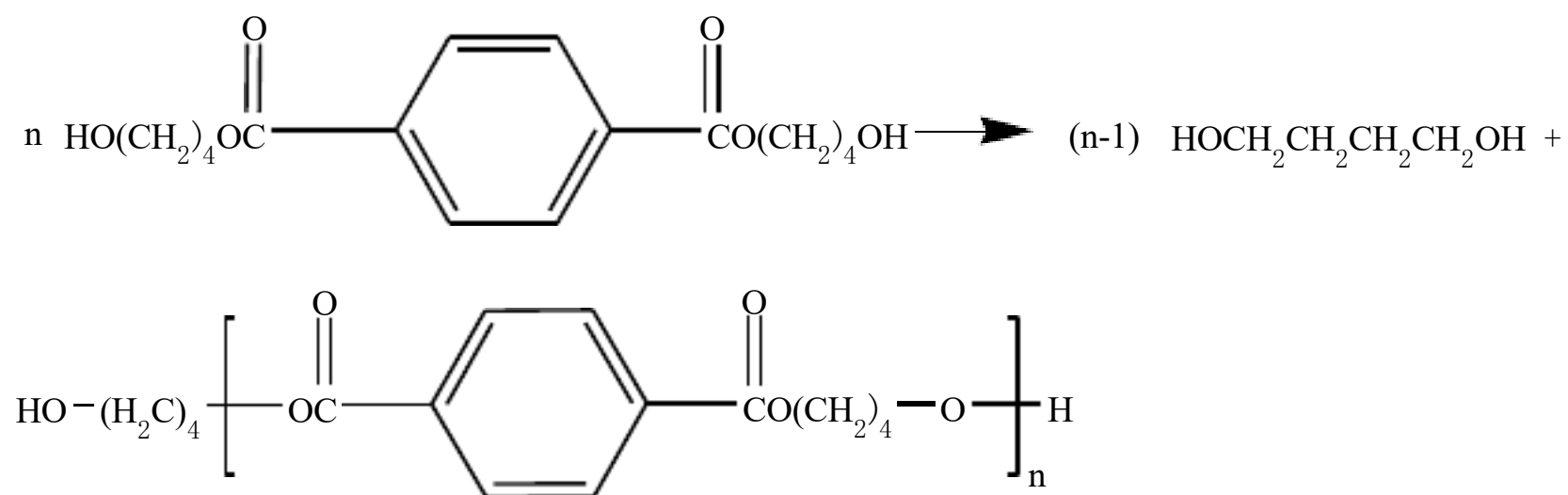
随着反应的进行，因为 PTA 在反应混合物中的溶解度远较纯 BD 中高，PTA 粒子溶解速度逐渐加快，当 PTA 完全溶解时，反应开始转入均相酯化阶段。此时，反应速度将随 PTA 与 BD 的浓度变化而变化。酯化反应生成 H<sub>2</sub>O，H<sub>2</sub>O 浓度过高将意味着降低酯化度。

另外，在高温及反应物浓度较高的条件下，还将发生 BD 环化生成副产物 THF 的反应。



### 2. 1. 2 缩聚反应机理

缩聚反应是发生在丁二醇酯基之间的反应，即每两分子丁二醇酯基缩聚并生成一分子 BD，反应方程式：



所得到的低聚物的每个分子仍然具有活性双官能团（丁二醇酯基），还可以继续发生缩聚反应，事实上，酯化反应开始后不久生成一定量的 **BHBT** 时，就有缩聚反应同时发生，酯化反应后期，单体已基本消失，生成不同聚合度的低聚物。形成的低聚物可以与原料单体相互缩合，也可彼此之间缩合，甚至形成 **PBT** 大分子。

缩聚反应是可逆反应。反应物系中降低 **BD** 浓度将使反应向生成高聚物方向进行。因此，要得到高聚合度的聚合物就要设法把生成的 **BD** 尽量从反应物中脱除。物料汽相体系中 **BD** 分压的降低，可引起反应体系的 **BD** 浓度降低，从反应向生成高聚物的方向进行，同时反应速度也相应提高。为此缩聚反应要求在真空条件下进行，特别是在缩聚反应后期要求在高真空下进行，同时应该尽量增加蒸汽面积，以利于 **BD**、**H<sub>2</sub>O** 等小分子的脱离。

在高温条件下，随着聚合物分子量的增加，同时会发生降温、热氧降解、线形高聚物环化等多种副反应，从而导致聚合物分子量降低、熔点下降和着色，影响产品的质量。

## 2.2 直接酯化法合成 **PBT** 的工艺流程图

这种方法合成 **PBT** 从浆料配制经过酯化和缩聚两个主要步骤得到 **PBT** 树脂，方块工艺流程图见图 2-1(具体工艺流程图见附录 1)。

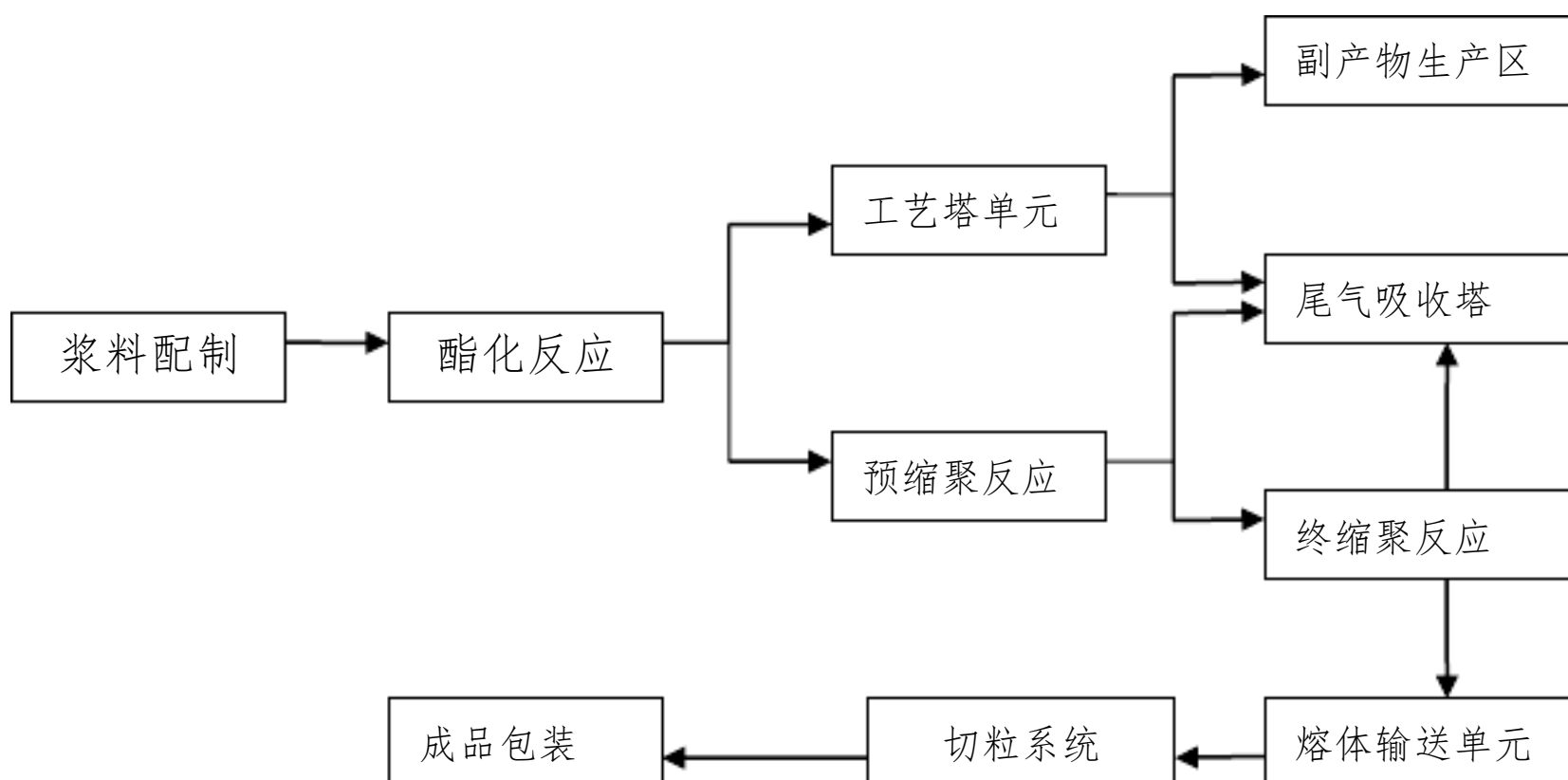


图 2-1 直接酯化法方块工艺流程图

## 2.3 PBT 的生产工艺

整个工艺过程由原料PTA从日料仓经PTA计量称计量后加入到浆料调配槽，同时计量加入酯化和缩聚过程回用的BD，经搅拌器搅拌均匀，PTA/BD的浆料摩尔比为1:1.11，配置好的浆料通过螺杆泵连续计量后，从酯化釜泵输出的回用BD从酯化釜底部计量加入，在压力400mbar(a)、温度240℃和搅拌下进行酯化反应，酯化过程中生成的水和副产物THF，经过工艺塔进行分离、浓缩、提纯回收，酯化釜的酯化物BHBT通过齿轮泵输送并经过过滤器过滤后送入终缩聚反应釜。缩聚反应产生的BD经喷淋系统分离回用，预聚物在1mbar(a)的高真空和230℃下在终缩聚圆盘反应器中继续缩合，使PBT达到所期望的黏度后切粒、干燥、称重包装。

### 2.3.1 浆料配置单元（具体工艺流程图见附录2）

为获得稳定的产品质量，保证PTA与BD的摩尔比恒定不变，尽可能减少配比误差是极为重要的。本单元的主要任务就是配置出酯化反应所需要特定摩尔比的PTA/BD浆料。

#### 1、原料准备

PTA原料通过电梯和电动葫芦提升至聚酯楼4楼投料间，用PTA电动葫芦10-X01.1/2经PTA卸料斗10-H01.1/2人工投料在日料仓10-W01，日料仓顶设有粉尘过滤器10-S01和抽风机10-B01完成PTA粉尘分离，通过氮气反吹过滤器10-S01实现过滤器再生。料仓底部设有导流反吹板，通过氮气反吹防止架桥，



保持下料顺畅。

## 2、PTA 出料和称重

在 10-W01 底部阀门下面，设置了一失重式系统 10-Q039，PTA 计量系统的称重进料料斗内有来自 PTA 日料仓的一定量的 PTA 粉末，螺杆输送机连续计量自称重进料料斗至于浆料配制槽 10-V01 的 PTA 量，通过测定单位时间内进料料斗内控制 PTA 的量。如果测出的重量衰减率偏离设定值，相应调整螺杆转速。当进料料斗内 PTA 降低至一定量时候，传感器 WQRC0101 打开进料阀 XV01115，在较短时间内，进料斗重新装填 PTA；如果进料时间过长，则氮气吹入导流反吹板，加快 PTA 的流动速度，进料时间里螺杆保持先前的转速不变。为防止日料仓底部的 PTA 粉末的架桥，由氮气送入 PTA 日料仓的底部进行间歇反吹，以保证 PTA 能顺利出料。

## 3、浆料配制

在一定温度下，浆料的黏度由 PTA 和 BD 的摩尔比和 PTA 的粒度决定。一般情况下，浆料黏度在搅拌器高速剪切的作用下会降低，而在静止则会增大。当浆料不流动时，PTA 与 BD 可能会发生分离沉降现象。

入 10-V01 的 PTA 与 BD 溶液，要求保持 1: 1.12 的摩尔比，本装置采用比值调节系统，保证 PTA 与 BD 自动配比，同时进入体积约 10 立方米的浆料配制槽，从有利于控制准确聚合装置负荷的角度出发，采用以加入 PTA 量控制加入 BD 量的控制方式。浆料配制使用的 BD 为回用 BD，自 BD 收集槽 V30 由泵 P30A/B 经过滤后送至本单元，在开车阶段，浆料配制使用新鲜的 BD，经流量计 FFQC0101 计量后，V01 的顶部放空管内喷淋的方式加入浆料配制槽中，这样可洗去排气中的 PTA 粉末，V01 放空管的畅通，不致因粉末飞扬而堵塞。

为了获得良好的混合效果且不发生沉降，10-V01 中有特别设计在搅拌器 0-A04，功率为 22KW，转速 50rpm，结构为四层双叶搅拌浆，能保证浆料在各个不同的方向有运动，消耗了搅拌的死角。在其作用下 PTA 和 BD 分散，混合均匀，若造成结块，在 10-A04 与 10-Q029 间设有连锁，一旦搅拌器停止，立即自动停止 PTA 进料。

在 60℃时候，BD 与 PTA 混合均匀后，由两种螺杆泵 10-Q01.1/2 将 PTA 浆料送至酯化釜 10-R01 进行酯化反应，可回流到浆料批配制槽中。每台浆料泵均

---

在 50% 的负荷以下运行，当一台出现故障而停车时候，另一台可自动提高转速，承担全部负荷。此浆料泵变频交流电机为动力，其转速与物料流量保持一定的关系。设有转速控制 SRC0103，根据浆料的流量，调节各浆料泵的转速。

10-Q01.1/2 泵后的浆料管线上装有质量流量计 FFRC0102，具有测量浆料的流量，比重和温度的功能，从而推算出 BD 与 PTA 摩尔比的大致数值，检查其是否正常。每台浆料出口管线上还分别设有压力超高包 PAHH0101 和 PAHH0102，在发生压力超高报时，相应的浆料泵停止运转，以保护设备。在生产时间短时间停车时候，浆料自循环。若生产不正常，浆料可能沉淀结块而使管道堵塞，在出料阀管线上设新的 BD 冲洗可用于疏通。

浆料配制槽设有蒸汽加热盘管，加热管仅在开车时或者特殊情况下使用。正常生产时，浆料配制使用的是温度较高的回用 BD，因此无需加热。

### 2.3.2 催化剂

由于本装置使用的催化剂钛酸四异丁酯在高温下与水反应，生成  $TiO_2$ ，从而丧失活性，催化剂直接在酯化段加入。本装置 CAT 配置采用在线连续配置，通过控制催化剂隔膜泵 10-Q02 的泵速和配制用新鲜的 BD 流量来完成标准浓度的催化剂配制，再经过滤器和静态混合器均匀后从 10-R01 进入酯化反应器供酯化反应与预缩反应使用。

### 2.3.3 酯化单元（具体工艺流程图见附录 3）

该单元的作用是使浆料在高温、真空条件下进行酯化反应生成 BHBT，同时也有缩聚反应及 BD 环化脱水副反应发生。酯化反应采用低温、短停留时间工艺，以减少 THF 的生成，采用真空的目的是便于 BD、THF、水分的蒸发。

#### 1、单元工作流程

反应生成的水、THF 和部分 BD 蒸汽自反应釜顶部进入工艺塔，在工艺塔内将 BD 从 THF 和水中分离出来，分离出的 BD 与 PTA 成一定比例回流至酯化釜继续反应。酯化反应在酯化釜 10-R01（内外两室结构）进行。自 10-Q01.1/2 来的 PTA 浆料从酯化釜顶部进入酯化釜内室，再流到外室。酯化釜内反应温度为  $240^{\circ}C$ ，压力为 400mbar，经过一小时停留时间，酯化釜外室中部流出的酯化物酯化率达到 95%。在酯化反应的同时，也进行缩聚反应，酯化物的缩聚转化率为 75.2%左右。应生成的水蒸汽、副产物 THF 蒸汽和 BD 蒸汽等一起自酯化釜顶部

---

进入工艺塔 10-C01 塔釜。在工艺塔内，混合汽相物流分离，塔釜液大多回流至酯化反应器，与催化剂一起从反应器底部通过一星型分配器加入，重新参与酯化反应，以保证酯化釜内物料具有恒定的摩尔比，系统中多余的 BD 则送往 BD 收集器 10-V30。

## 2、单元装置构造

为了在短停留时间的条件下，提供足够的热量和保证酯化物有良好的混合效果，酯化釜内设有加热盘管，物料在管间自循环。浆料进入 R01 时，通过一个特制的进料三通阀 XV1101，此阀有冷却水夹套，使阀内温度不至于太高，以防止浆料中的 BD 在阀内过早地造成 PTA 沉淀，发生堵塞（万一堵塞，可用新鲜 BD 进行冲洗）。酯化釜汽相大空间设计，物料填充率低，因此汽相夹带组少。

由于高温负压条件下的鼓泡效应，气泡生成及物料在釜内受温度影响后自循环能使物料能有一定的混合效果，为了更好的使物料的实现传热，传质和均化，釜内设有搅拌器 10-A01。

### 2.3.4 工艺塔单元（具体工艺流程图见附录 4）

来自 10-R01 的混合汽相物料，进入 10-C01（填料塔）塔釜 BD 液层，在工艺塔内进行精馏。

#### 1、单元工作流程

酯化釜气相产物从工艺塔底部进入，可使气体中夹带的酯化物和 PTA 能溶解在 BD 中，不至于将工艺塔釜堵塞。塔顶主要馏出物水和 THF 的混合蒸汽，经两级冷凝器冷凝。第一级冷凝器 E01 以水冷却，将 10-E01 汽相物料的温度控制在 60℃，以满足水冷凝效果的同时，尽可能减少冷凝液中的 THF 组分，进入回流罐 10-V05，部分液位经 10-V05 回流。工艺塔釜液中含 BD 由塔釜出料泵 10-P02A/B 送出，一部分回流同催化剂汇合后进入酯化釜重新参加酯化反应，以保证酯化釜中的 PTA 与 BD 具有恒定的摩尔比；另一部分通过控制塔釜液位送往 BD 收集槽。

#### 2、单元装置构造

为防止塔釜污染造成的堵塞，从塔底出料泵出口引一根 DN25 的管线进入工艺塔，进行冲洗。工艺塔釜被设有加热盘管，由二次热媒加热，作为工艺塔的再沸腾。提供工艺塔精馏所需热量。塔釜外设热媒加热夹套，在开车或者高回流比

---

的情况下，提供额外的所需能量。

### 3、单元工作参数

工艺塔的操作温度：塔顶 68.6℃，塔釜 137℃；操作压力：塔顶 350mbar，塔底 380mbar。

#### 2.3.5 预聚单元（具体工艺流程图见附录 5）

本单元中，酯化物在高温、低真空条件下进行缩聚反应，进一步完成酯化反应，使物料转化为以聚合度较低的 PBT 为主的预缩物，为最终缩聚做好工作，缩聚过程中产生的蒸汽由真空系统抽出。

##### 1、预缩釜

酯化反应器流出的物料借助压差与位差，自预缩反应侧向进入反应液层，在酯化反应器内，物料已基本完成酯化反应，因此在预缩反应器内主要进行的缩聚反应，同时完成酯化反应，缩聚反应为放热反应，但是放热量小，且反应温度高、热损耗大，因此仍需热媒提供热，为此反应器设置了盘管加热器和夹套。为了便于 BD 的蒸发，增大蒸发面积和降低液层高度，设备制成矮胖形状。

预缩釜的反应温度为 245℃，反应压力为 40mbar，经 0.5 小时停留时间，酯化率提高到 99.5%，缩聚转化率提高至 92.6%。

由于物料黏度的增大，鼓泡效应不再明显，故反应釜内需设置搅拌器，以提高表面更新速度和传热效果。反应物料自釜底流出，经预缩物 10-Q05 增压后送往预聚物过滤器 10-F04，经 10-F04 除去机械杂质后进入最终反应器。

##### 2、真空喷淋系统

预缩聚单元设有真空喷淋系统。预缩反应器中反应生成的 BD 蒸汽和水蒸汽的混合物，经带热媒夹套的汽相管线送至刮板冷凝器 10-E08，经 60℃ 的粗 BD 喷淋、冷却，捕集汽相组分中夹带的 BD、水和低聚物。粗 BD 流量为 60m<sup>3</sup>/h，汽液混合后，粗 BD 温度上升至 64℃，流入液封槽 10-V08 然后由 BD 循环泵 10-P08A/B 送往板式换热器 10-E10 冷却至 60℃ 后循环使用。BD 循环管线为夹套管线，与 BD 冷却器一样，备用部分可使用蒸汽进行热清洗。粗 BD 的湿度控制可通过调节 BD 冷却器水回水管线上的调节阀开度实现。

刮板冷凝器下部是一个水平放置的筒体，内有低速运转的刮板，使 10-E08 入口处的低聚物得以清理，同时将粗 BD 冷凝液中的残渣呈悬浮状，不至于结块，

---

并且与 BD 一起越过内部的挡板溢流至液封槽。搅拌轴采用液封，液封介质为硅油。在 10-E08 刮板处和汽相管线出口均有新鲜 BD 管线，平时无流量，在聚合物浓度高时，可加入一定量的新鲜 BD 置换，使 10-E08 至 10-V08 的物流顺畅，并对离开刮板冷凝器的未凝气体进行洗涤。在大气腿被低聚物堵塞时，可利用大气腿上的氮气接头进行吹扫。

粗 BD 里的较大悬浮固体物（来自刮板冷凝器）的过滤是通过在液封槽内的方孔吊篮式粗过滤器实现的，粗过滤器在正常操作时可取出清洗。为减少暴露时间，粗过滤器的清洗时间应该尽可能短。清洗结束后，系统应用氮气进行置换。10-V08 主要起以下三个作用：通过大气腿为刮板冷凝器提供液封；过滤循环 BD 中的固体颗粒；为 BD 循环系统提供进料。

### 2.3.6 最终缩聚单元（具体工艺流程图见附录 6）

在本单元，预缩聚在高真空条件下完成缩聚反应，生成聚合度较高的合格 PBT 熔体，送至切粒区域供生产切片。

#### 1、最终缩聚的工艺流程

自预缩釜 10-R02 底部排出的预缩物从底部进入终缩聚反应器 10-R03，最终完成缩聚反应达到要求的聚合度。

终缩釜为卧式圆盘反应器，内设单轴多层盘环搅拌器，在旋转时将底部物料搅成膜状，增大物料的比表面积，以利于反应器内不同形状的隔板将反应器分为若干个小室，小室之间的隔板上开孔，孔径沿物流方向随反应产物黏度的增加而变大。在圆盘反应器每个室内，搅拌器圆环把物料向搅拌方向推动，由于圆环垂直于反应器轴，所以物料基本上是呈活塞流向前移动，很少返混，这样可保证缩聚反应均匀。

搅拌轴采用特殊密封元件密封，共有四个独立的密封室，靠近外侧的三个密封室的密封介质为硅油，通过热虹系统自循环，万一内室失灵，可将密封液供应，回流阀门关闭，投运外室。最内侧的密封室内通以氮气，可防止 THF 蒸汽及低级物再次缩聚。

反应时蒸发的 BD 等分子蒸汽在出料端由 BD 三级喷射泵 10-Q07 带出，PBT 熔体经圆盘反应器的出料熔体输送齿轮泵 10-Q06 送至切粒生产单元造粒。

10-R03 的进口温度 240℃，出口处反应温度约 250-260℃，系统压力为 1mbar

---

左右，预聚物经过 150 分钟完成最终缩聚反应，得到黏度约为 0.85-1dl/g 的 PBT 熔体。

## 2、真空喷淋系统

同预缩聚单元一样，最终缩聚系统也设有一套喷淋冷凝系统。圆盘反应器中经缩聚反应生成的 BD 蒸汽、水蒸汽等混合物，经带热媒夹套的管道送至刮板冷凝器 10-E09，用 50℃ 的回流 BD 喷淋、冷却，捕集汽相中夹带的 BD 和低聚物。喷淋 BD 的流量控制在 70m<sup>3</sup>/h 左右，喷淋后 BD 的温度上升至 65℃ 左右流入液封槽 10-V09，然后由 BD 循环泵 10-P09A/B 送往板式冷却器，冷却至 50℃ 后循环使用。

与 10-E08 相同，在 10-E08 刮板处也有新鲜 BD 加入管线，但与 10-E08 不同的是，10-E09 汽相出口处并无新鲜 BD 加入管线，这是因为 10-R02 较 10-R03 的汽相物料中夹带的低聚物更细，易堵塞真空系统。同时，R03 相对于 R02 而言，其体积小、气流量小，故 10-E09 汽相出口处未设有新鲜 BD 冲洗管线。

经刮板冷凝器而未被冷凝的气体由三级喷射泵、罗茨风机和液环真空泵抽出，在尾气洗涤塔 10-C02 处理后放空。

### 2.3.7 真空系统及尾气洗涤系统（具体工艺流程图见附录）

真空系统包括三级喷射系统、罗茨风机系统和液环真空泵系统，作用是将反应系统中不凝性气体抽出，提供各反应系统所需的真空度。尾气系统用于将贮存有 THF 或者其他易燃低沸点的容器与外界隔离，同时在系统不同的地方通入氮气以平衡容器内液位的变化，并将有害的物质带到水洗塔中洗涤下来，以保证排放气体符合环保要求。

#### 1、三级喷射系统

三级喷射系统包括三级喷射泵 10-Q07、BD 蒸发器 10-E06、液封槽 10-V17 和换热器 10-E11A/B。

##### （1）三级喷射泵

三级喷射泵包括三级喷射和三级喷淋冷凝，提供最终缩聚反应所需的 1mbar 左右的真空度。

终缩聚刮板冷凝器 10-E09 顶部出来的未凝汽相组分依次进入第一级喷射泵、第一冷凝器、第二级喷射泵、第三级喷射泵和第三冷凝器。其中大部分的反应蒸

---

汽、动力蒸汽和调压蒸汽在三个冷凝器中冷凝下来，未冷凝的气体由罗茨风机与液环真空泵抽出。

在各级喷淋冷凝器内设有伞形折流板，形成 BD 液幕，增加 BD 气相与液相的接触面积，最大限度地将气相中的低聚物捕集下来。喷淋 BD 液温度为 50℃，各喷淋冷凝器喷淋液出口温度分别约为：第一级 60℃，第二级 90℃，第三级 115℃。

为避免低聚物被突然启动的高真空抽出而堵塞真空系统及减少系统的波动时间，三级喷射泵的启动必须采用从后至前，逐级启动的方法，各项喷射泵的启动压力分别为：第一级 4.5mbar，第二级 18mbar，第三级 40mbar。

## (2) BD 蒸发器

蒸发器通过控制回用 BD 的进料量，以保持液位稳定。E06 的液位稳定与 BD 动力蒸汽压力恒定密切相关，控制液位稳定意味着保持固定的蒸发面积，当热媒温度、进料组分变化下大时，BD 的蒸发量是一个定值（即送往一、二、三级 BD 蒸汽喷射泵的 BD 动力蒸汽压力也保持恒定）。工艺参数的波动可通过装在蒸发器出口上的压力控制器调节 BD 蒸汽阀门的开度来实现动力蒸汽压力的控制。一、二、三级喷射泵体及喷嘴都带有夹套，通入一次热媒，使 BD 蒸汽中的低聚物在喷射泵内压力骤降，温度降低时，不至于凝结在器壁上。

在蒸发器上设有压力高报连锁系统，一旦压力发生超高报，则连锁停运为 E06 提供热量煤泵 P03A/B，减少 BD 的蒸发量，降低蒸汽压力，以保护设备。

## 2、罗茨风机系统

### (1) 风机系统组成及工作原理

本装置中采用两级串联式罗茨风机 10-Q12A/B，为反应系统提供绝对压力 40mbar 的真空，风机的轴封采用氮封。10-E08 和 10-Q07 来的未凝气体通过两级风机压缩，经换热器冷却，由 10-Q11A/B 抽出。

气体在离心风机中的流动先为轴向，后转变为垂直于通风机轴的径向运动，当气体通过旋转叶轮的叶道时，由于叶对气体做功，使气体获得能量，即气体的压力提高和动能增加，当气体获得的能量足以克服其阻力是，则可将气体输送到高处或远处

### (2) 装置使用注意事项



以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/828000044007006046>