

聚酯生产工艺条件优化的实践与探析

张 廷 治

(佛山聚酯切片厂)

一、前言

佛山聚酯切片厂于1984年底引进 2×3 万吨/年纤维级聚酯的成套设备和技术。本装置由现瑞士EMS-Inventa公司总承包工程设计,采用西德K.F.公司的直接酯化(两釜)、连续缩聚(三釜)和EMS的熔体分流直纺(长丝/短纤维)与切片的技术。

装置于1987年11月开始投产运行。作为技术文件,EMS-Inventa公司提供了成套工艺参数,并由开车工艺专家在投产开车初期试行调整后沿用下来。从开车生产的前两年实践看,这套参数未能解决好高负荷下较长期稳定运行,同时又有能为市场取胜的、可纺性能好的优质品这两个根本问题。

为此,我们于1990年初起,有计划、有步骤地开展了工艺条件优化调整的探索与实践。

二、原用工艺条件运行的特点与问题

装置投产运行前两年采用的工艺参数,有其酯化压力较高,酯化I温度较低、缩聚温度高、总停留时间短等特点。实践证明,上述参数基本上能使系统较好运行,产品质量也达到较好指标。但在工艺上仍出现或存在明显的困难与问题,主要有如下方面:

1. 真空系统污染比较严重

① 缩聚Ⅲ真空蒸汽喷咀易结垢堵塞，开车半年内，每月1~2次被迫停抽真空，拆洗（换）蒸汽喷咀。

② 喷淋EG循环系统带出物（主要是低聚物，也有部分是PTA）多，结垢严重，每月需加碱入循环EG系统清洗积垢层。

③ 真空系统堵塞时有发生，开车半年内，Ⅱ线就被迫闷料处理终缩喷淋EG冷凝器及分离器两次，1990年上半年又被迫临时停车处理两次。Ⅰ线情况也类似。

④ 真空系统调节能力不平衡，常处于低限调节运行。85t/D以上负荷运行不能稳定，常需外部加热兼敲振，或大量置换EG等进行处理。有时甚至被迫降低负荷来维持运行，因而使消耗提高。

2. 缩聚Ⅲ液位控制常不稳定，物料流动时有不畅，致使熔体粘度波动较大。

3. 切片产品检验中，时有出现DEG、H₂O含量及色值b偏高和凝聚（异状）粒子明显的问题。

4. 生产过程中，直纺长丝有时飘丝，断头明显，有时伸度增大；后纺则时有出现毛丝。同时，切片纺用户也时有反映飘丝等情况。

三、工艺条件优化的实践与探析

产品优质与系统稳定，两者是相互联系而又相互影响及制约的。反映在工艺条件上就有一个最催化选择的问题。

1990年初，针对上述存在问题，在与卖方工艺专家充分讨论的基础上，联系实际深入研究了聚酯工艺过程主、付反应的动力学与热力学机理及传递过程原理，综合地对工艺条件作了较大的优化调整。重点是抓住提高酯化率和温和终缩反应条件，以减少真空系统污染及提

高产品内在质量。实施情况主要如下（以满负荷运行为例）：

1. 通过提高酯化反应温度与液位，适当提高摩尔比，把酯化率从95%提高到98.5%以上。减少预聚物中游离EG，控制其端羧基（-COOH）含量从 $\sim 320\text{meq/kg}$ 降到 250meq/kg 以下，使产品中- COOH含量保持在 25meq/kg 以内。

酯化率的明显提高，使预聚物中聚合度 $P_n < 3$ 的低（齐）聚物产出量大大下降，真空系统喷淋EG中的固含量平均下降至原来的 $\sim 55\%$ （wt）（详见《聚酯生产线控制参数调整总结》1990·5）。明显减少了真空系统的污染，稳定了生产过程，降低了物耗与能耗。

另外，物料流动过程也因此而呈现稳定。

2. 合理改善各反应釜的负荷分配，提高系统的操作稳定性，以改善和提高产品的内在质量。

考虑到酯化Ⅱ设计上需加入（ $\text{TiO}_2 + \text{EG}$ ）液，且其反应温度已较高等特点，为控制产品中的DEG含量，故提高酯化率的任务主要由酯化Ⅰ承担，酯化Ⅱ反应条件则相对地保持温和些。

同时，考虑到酯化率提高后，反应过程中的- COOH降低，必然减慢缩聚的反应速度，终缩釜的真空负荷将明显加重。为此，适当提高缩聚Ⅰ的液位从 $\sim 50\%$ 升至 80% ，并把缩聚Ⅰ与Ⅱ的真空度分别适当提高，使终缩釜的入口聚合物仍维持通常的聚合度 $P_n \approx 35$ ，使熔体粘度控制在不太苛刻的条件下进行，从而减少了系统的波动。此时，分子链的生成与长大过程也更接近反应热力学与动力学过程的最佳化状态。

此外，把真空系统的循环EG其新鲜EG补充量提高 $\sim 30\%$ 以上，从而提高了真空系统的抽吸能力，实质上也就改善了反应负荷的分配。

3. 较大幅度地把终缩釜的反应温度从 280°C 降到 270°C ，同时又

应把熔体输送温度从 292°C 升至 $294\sim 296^{\circ}\text{C}$ ，至使在减慢但又满足缩聚反应速度的前提下，系统的反应热力学条件明显得到优化、温和，抑制了付反应进程，且改善了产品的内在质量与物料的流动性，其中包括结晶完整、熔点较高的“凝聚粒子”在反应釜中的生成有所抑制，而在输送熔体管路条件下又有助于消除。因此，大大提高了熔体直纺的可纺性，其中包括POY前纺飘丝次数从平均每天每线 ~ 140 次降低至20次以下（详见《聚酯生产线控制参数调整总结》1990.5）。

4. 其它有关工艺条件的相应调整和改善。

在重点进行上述几项主要工艺条件优化的同时，相应地对有关工艺参数也综合地作了调整与改善，旨在收到更佳优化效果。

①浆料摩尔比(M.R.)从1.12升至1.15~1.17，使得在控制DEG含量不太高的情况下($<1.2\%$)，提高酯化反应速度，维持反应物料适当平衡，减少低(齐)聚物的产生。

②酯化蒸馏塔(TC131)加热温度从 215°C 降至 $210\sim 205^{\circ}\text{C}$ 使酯化I的多元多相反应体系有一个稳定的平衡状态，这样保证了酯化反应稳定进行，并降低了能耗。

③酯化蒸馏塔(HC 125)回流比从1.05升至1.1~1.2，使得塔内传热过程稳定，并提高了塔是自洗能力，因而不致时有塔堵发生。

④酯化I压力(PC111)，由 0.3MPa 降至 0.26MPa （绝压），酯化II压力(PC 121)由 0.08MPa 降至 0.05MPa （绝压）。根据酯化釜设计能力较充裕的特点，在保证酯化反应速度的前提下（温度的作用为主），减少了液相EG浓度，并抑制了醚化反应。

⑤酯化管道及塔板的热媒(DSA) 加热温度TC 821从 $275\sim 278^{\circ}\text{C}$ 提高到 280°C ，使之与酯化II反应相适应，保证了物流有较好的流动性。

⑥在保证缩聚反应速度前提下，催化剂加入量(HC104)从300减至

200PPM, 以减少 Sb^{3+} 的带入, 从而节约了成本, 又使产品色值较少影响。

⑦ TiO_2 加入量(HCl53)从0.40~0.38%降至0.35%(Wt), 在满足市场需要前提下, 减少了成本, 并改善了酯化Ⅱ等反应条件。

⑧改善与提高 TiO_2 研磨与过滤性能。曾与供货厂家的专家多次技术交流, 以选择 TiO_2 性能优良的厂家供货; 反复试验攻关, 以使产品保持有过滤性好的优势。其中, 控制 TiO_2 、预聚物、熔体的过滤器规格分别为 5μ 、 35μ 、 25μ 。

⑨供长丝直纺熔体压力从 $\sim 12MPa$ 增至 $14MPa$, 供短纤直纺熔体压力从 $\sim 10MPa$ 增至 $13MPa$ 。在出料系统设备及阀门承受能力允许前提下, 尽可能提供稳定的较高的纺丝泵前压力, 以改善纺丝性能。

同时, 把熔体过滤器切换的压差控制从 $9\sim 10MPa$ 降至 $8\sim 7.5MPa$, 尽量满足熔体直纺稳定的要求。

⑩控制回收EG流入新鲜EG罐混用比例。改变了以往切换EG罐时才一起转罐的做法, 为EG罐液位降至40%就停止流入回收EG, 以减少原料不纯对直纺长丝的敏感影响。

三、结语

事实证明, 在引进先进技术及设备的情况下, 优化工艺条件仍很有必要。佛山聚酯装置近年来所作的有关工艺条件优化、调整, 是有成效的, 特别在提高酯化率、温和终缩釜反应条件方面, 较好地处理与促进了系统的稳定、产品的优质及降耗节能的关系。

在连续数月稳产基础上, 近月来两条生产线超设计负荷持续运行。消耗已达合同指标以下, 月合格品率创99.99%的记录。长丝前纺最近连续5个月创合格品率100%的好水平。

然而，企业生产、市场营销、装置运转的情况总是不断变化的，因此工艺条件优化的工作必须不断适应新的情况。原料供货厂家的变换，工艺与设备上的技改技革，原（辅）料的逐步国产化及过滤器等设备或部件的国产化等，这些都给工艺条件提出了相应调整、优化的要求。

(1991年11月20日)

参考资料

- (1). 高等纺织院校，《合成纤维工艺学》 (1984)
- (2). 燕山石化总公司，《聚酯工艺》 (1985)
- (3). [德] 赫尔曼·路德维希，《聚酯纤维化学与工艺学》 (1977)
- (4). [美] G·奥迪安，《聚合反应原理》 (1984)
- (5). 聚酯生产技术协作组，《聚酯工业》 (1988~1991.6)
- (6). 纺织部设计院，《引进PET装置技术状况调研报告》 (1990)
- (7). 佛山聚酯片厂，“与Mr. E·V·E技术讨论的总结报告” (1990)
- (8). 佛山聚酯切片厂，“聚酯生产线控制参数调整总结” (1990)
- (9). EMS - Inventa公司，《聚酯工艺操作手册》 (1986)