

Analysis and Control of Black Particle Slicing in PA66 Production

Yingde Li¹, Bowen Chang²

E-mail: ¹ 693308722@qq.com; ² 573301770@qq.com

Abstract

In the continuous polymerization process of PA66, in view of the impact of the production of black grain slices on customers and economic benefits, the author analyzed and controlled the reasons for the production of black grain from various aspects to avoid the production of black grain as much as possible.

Key words: PA66; Black Grain; Analysis; Control

尼龙 66 生产中黑粒切片的产生原因分析补充及控制

李英德，常博文

摘要：PA66 在连续聚合过程中，针对黑粒切片的产生对客户及经济效益的影响，从多方面对其产生原因进行分析和控制，尽可能避免黑粒的产生。

关键词：PA66，黑粒，分析，控制

尼龙中的主要品种是 PA6 和 PA66，占绝对主导地位，尼龙 6 为聚己内酰胺，尼龙 66 为聚己二酸己二胺，与 PA6 相比，PA66 更多的应用于汽车工业、仪器电气外壳以及其它需要有抗冲击性、高强度要求的产品，应用十分广泛。可基于内在和外在进行 PA66 切片品质分析。内在分析需围绕指物化性能指标展开，添加剂的性能和种类直接影响该指标。外在分析则需要围绕黑粒、气泡、外观形状、切片规格展开，各设备的运行及保养状况、各项工艺参数的执行情况直接影响这类指标。PA66 切片需满足无黑芯和气泡现象、晶莹饱满、大小均匀、粒子规整等外在指标要求，同时还需要保证切片无松散和粘连现象、无棱角带尾现象、含水合格^[1]，切片产品的包装和运输需要、下游企业的 PA66 切片使用均可由此获得有力支持。对于下游企业中的纺丝工序来说，PA66 黑粒切片的数量造成的影响较为深远。

如黑粒较大且数量较多，纺丝组件过滤装置会因这类 PA66 切片的应用而出现负担加重问题，堵塞故障的发生几率会因此大幅提升。黑粒较大且数量较多还会导致纺丝过程中出现弱丝、毛丝和飘丝的几率大幅提升，拉伸工序往往会因此出现断头，而对于纺黏法锦纶非织造布企业来说，成网工序还会因此出现纤网不匀问题^[2]。如检测到大量 PA66 黑粒切片，PA66 合成过程将在一定时间内持续生产大量 PA66 黑粒切片，且这一生产数量的下降趋势较为缓慢。虽然黑粒筛选装置在相关企业中的应用较为广泛，但这类装置存在耗时耗力不足，为尽可能保证非织造布厂家、化纤厂家、树脂厂家的利益，PA66 黑粒切片的预防和减少必须成为 PA66 树脂生产过程关注的焦点。

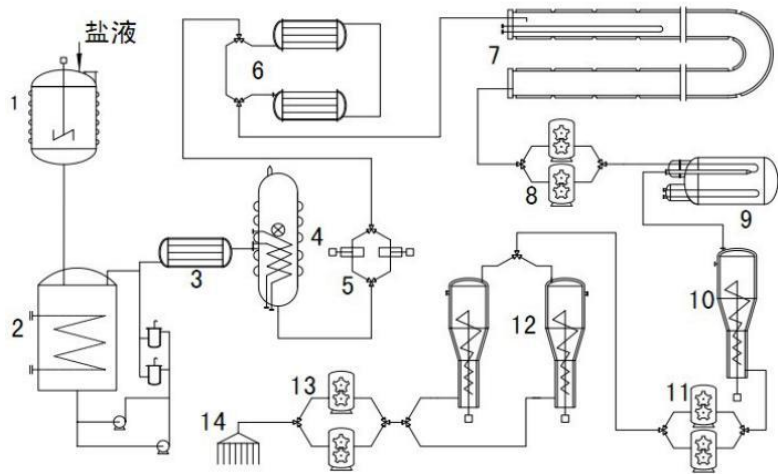
1 PA66 黑粒切片的产生原因

为提升研究的实践价值，以采用连续聚合法制备 PA66 树脂切片的辽阳兴家化工新材料有限公司作为研究对象。连续法制备 PA66 树脂切片是采用 PA66 盐溶液经过调配，进入“五大器”，即浓缩槽、预热器、反应器、闪蒸器、聚合器以及水下切粒系统，各种牌号的 PA66 树脂切片生产还需经过分析检测、料仓打包环节。深入分析可发现 PA66 切片中黑粒的产生主要与聚合过程和切粒系统两方面存在较为紧密联系。

1.1 聚合过程

图 1 为连续法制备 PA66 切片的聚合过程。调配好的 66 盐水溶液，用浓缩槽输送泵经换热器进入浓缩槽，盐液浓度从 50%蒸发浓缩至 70%，盐液温度从 90℃提高至 120℃左右，然后经反应器供给泵输送到列管式预热器，将盐液温度提升到 210℃，再到反应器中，物料在高温高压下发生预缩聚反应，再通过齿轮泵经过闪蒸器到达前后聚合器中进一步脱水，具有一定黏度的熔体经过螺杆及熔体计量泵进入水下切粒系统。

在 PA66 切片的连续聚合过程中，原料品质的控制属于产生黑粒切片的主要原因，即添加剂与 PA66 盐溶液品质，工艺控制，即闪蒸器煅烧程度及聚合器的液位波动等。



1. 盐液计量槽；2. 盐液中间槽；3. 换热器；4. 浓缩槽；5. 反应器供给泵；6. 第一第二预热器；7. 反应器；8. 闪蒸器供给泵；9. 闪蒸器；10. 前聚合器；11. 后聚合器供给泵；12. 后聚合器；13. 熔体计量泵；14. 水下切粒系统。

图 1 连续法制备 PA66 树脂切片的过程简图

1.1.1 盐溶液、添加剂的品质

PA66 盐溶液的 UV 值、pH 值等品质指标会直接影响切片的化学及物理性能，而在运输和溶解过程中，PA66 水溶液或固态 PA66 盐均不可避免的会混入杂质，如包装碎屑、水中杂质、机械杂质等。因此，必须配合过滤器从源头控制原料品质，黑粒切片的产生可通过盐溶液杂质的减少而得到有效控制。

添加剂的不同直接决定 PA66 切片的牌号。然而，添加剂在调配时易混入杂质，或者受潮、或个别添加剂在调配溶液过程中不易溶解而易沉降。通过浓缩槽前的过滤器，添加剂杂质可得到一定过滤，但为保证过滤效果，过滤器必须具备较高的精度。但随着杂质的大量过滤，离心泵的负荷也会随着加大，而由于添加剂的未溶解部分未完全加入，这种过滤在安全和经济层面均存在不足。因此，需基于 PA66 切片的不同牌号特点，针对性建立调配罐与设计氮气保护系统，安装搅拌器或伴热进行调配。

在 PA66 切片的不同牌号生产过程中，添加剂的使用种类一般在 2 种以上，PA66 树脂的各批次生产牌号往往不同。在输送添加剂的过程中，浓缩槽和中间槽伴热管线上积攒的上一批次添加剂往往会因此被带入生产，这类添加剂高温分解而产生的杂质也需要得到重视。因此，连续聚合生产过程中，牌号的更换不如间歇法方便，这很可能会导致 PA66 切片中黑粒的产生。

1.2 闪蒸器的煅烧

在连续聚合生产过程中，根据生产需求，正常装置运行时间 1 年左右进行停车检修，而伴随着装置长周期运行，停车吹扫过程中很难将闪蒸器列管内的聚合物吹扫干净，而闪蒸器的作用是将从反应器出口的物料温度由 246℃ 升至 280℃，运行温度较高，在停车过程中，物料容易变黄或碳化，不进行煅烧直接影响下次开车的产品质量，而闪蒸器的煅烧，根据 PA66 的特型，不同阶段控制好煅烧时间和温度，煅烧后的闪蒸器列管也要经过吹扫、清洗、打压气密，才能进一步保证下次投料生产的产质量。

1.3 聚合器的液位波动

聚合过程中液位波动的原因有两个方面，一是因为导热油升温过高，料液位会因物料暴沸产生剧烈波动，这种波动将导致短时间内聚合器和浓缩槽中液位的上下迅速波动。

二是压力波动造成的液位波动，特别是后聚合器的抽真空系统波动，对后聚合器的液位影响较大，

无论是这两个方面哪一方面，液位上升和液位波动均会导致正常料液位以上的聚合器器壁上黏附具有一定黏度的少量半成品物料，而随着聚合过程的推进，器壁上的聚合物会因水分的减少而不断干燥，最终因过度受热及受热不均变为黑色的炭化物。如出现频繁且幅度较大的液位波动，将导致大量的黑色炭化物产生，固化后会脱落至料液中的黑色炭化物会导致大量的 PA66 黑粒切片出现。

1.4 齿轮泵或螺杆填料渗漏

一旦齿轮泵或螺杆填料渗漏所形成的切片是整体发黑的切粒，与其它原因形成的黑粒截然不同，不是黑芯状。而一旦填料渗漏所产生的黑粒时间很长，填料必须及时更换，而连续聚合生产中，无论是齿轮泵还是螺杆的停运都会给生产带来严重的影响。

填料的渗漏原因很多，一是石墨填料的质量差，密封不好造成渗漏；二是上紧填料压盖到适当位置，不得过紧或过松；三是调整填料搭口，使之错开一定角度不在一个方向等。

作为 PA66 切片生产的重要过程，聚合过程一旦产生黑料切片，PA66 聚合过程将在一定时间内持续生产大量 PA66 黑粒切片，且这一生产数量的下降趋势较为缓慢。PA66 切片的外在品质会因此受到严重影响，甚至会导致 PA66 切片成为等外品，企业的客户信誉和经济效益将受到较为负面影响。因此，必须提前做好聚合过程的黑粒切片预防，以此降低损失。

2 切粒系统

图 2 为 PA66 树脂切片制备过程中造粒系统工艺过程。铸带模板分股喷出 PA66 熔体，形成铸带条；经导流板，喷淋水和溢流水实现铸带条冷却固化及输送，引料辊将铸带条送入切割室，生成粒状 PA66 树脂；经过干燥器除湿，PA66 树脂切片可在通过振动筛选及检测后送入成品料仓包装。

切粒系统是连续法和间歇法聚合的最后一道工序，PA66 黑芯切片的产生主要与溢流水及铸带模板的清洁情况存在直接联系。

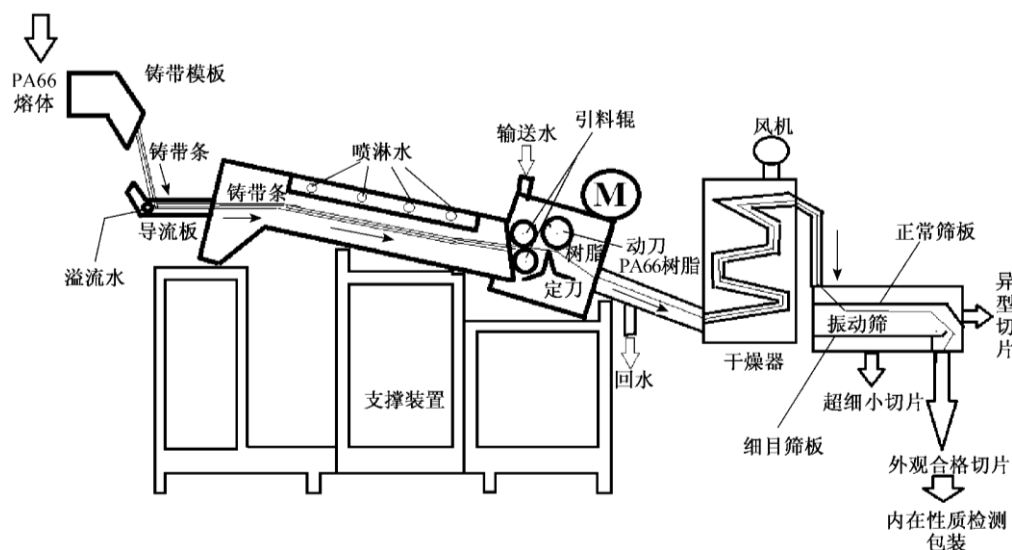


图 2 间歇法制备 PA66 树脂的造粒系统工艺过程示意图

2.1 铸带板

作为水下造粒系统的重要组成部分，铸带条的流畅性直接受到铸带板的安全稳定运行制约，PA66 切片的外观品质也会同时受到直接影响。铸带模板能否保证 PA66 熔体的均匀、顺利通过直接受到铸带板加热均匀性影响，铸带条的流速不均匀情况出现往往与温度控制不均存在直接联系，PA66 切片也会因此出现不规则颗粒增多、长短不一等质量问题，异型切片会因此出现，成型通道很容易因此被堵塞，高温物料在铸带板背面上的压力分布也会直接受到影响。

如未使用二氧化硅等脱模剂进行完善的铸带板整体清洗，高温烘烤下的残余物将最终转化为黑色炭化物，从铸带模板喷出后的熔体物料会因粘附黑色炭化物，最终形成黑粒切片。

2.2 溢流水

溢流水自切粒机启动板上的翻板顶部流下，切粒水除溢流水外还用相应的喷淋水，由喷嘴喷出，其作用包括：①铸带条冷却；②借助水向下流的势能沿水槽冲下铸带条，预防 PA66 异型切片产生，隔开启动板与铸带条。溢流水水质中清洁程度也是导致 PA66 黑芯切片产生的原因。切粒机启动板负责承接铸带板喷流出来的铸带条，冷却和输送由溢流水负责，如其中杂质含量较多，杂质的黏附将最终导致 PA66 黑粒切片的出现。

因此，为了保证 PA66 切片的外在品质，在水下切粒过程中，也必须做好预防 PA66 黑芯切片产生的措施。

3 PA66 黑芯切片的控制及预防

1、盐溶液和添加剂在调配、输送过程中加强监管，防止杂质混入盐液内。输送管及过滤器应定期清洗、定期更换滤纸或滤布。

2、在调整 PA66 牌号前，需做好添加剂称量器具、计量罐以及输送管道的清洗。

3、每次停车检修时，要对闪蒸器煅烧。

4、加强聚合工艺监管，保证液位平稳运行。

5、前聚合器每 6 个月切换一次，后聚合器每 3 个月切换一次，并用三甘醇进行高温清洗。

6、水下切粒系统中，铸带板受热均匀，投料开车前注意保温，也要在铸带板排完料后使用二氧化硅喷雾将

铸带板上的黑色炭化物等清理干净。

7、保证溢流水中的杂质(如漂浮物、粉末等)在可控范围内，定期更换切粒水。

在实际生产过程中，还有很多原因都可能会引起大量的 PA66 黑粒切片产生，需要在实际生产中不断总结和技改技措。因此，如果检测到大量 PA66 黑粒，必须尽快分仓隔离切片，产品重新定等级，然后开展监控并分析原因，针对性选用对策，以此控制黑粒的产生。

参考文献

- [1] 陈俊锋，张广华，陈纪周，等．造粒系统对尼龙 66 树脂粒子形状的影响 [J]．工程塑料应用，2008，36(10):56-57.
- [2] 郭秉臣．非织造材料与工程学 [M]．北京:中国纺织出版社，2010.