(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 107362568 B
(45)授权公告日 2018.12.04

(21)申请号 201710784478.1

(22)申请日 2017.09.04

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 107362568 A

(43)申请公布日 2017.11.21

(73)专利权人 中安信科技有限公司
地址 065000 河北省廊坊市安次区廊坊高新技术产业开发区龙显路以南凤翔路西侧
专利权人 康得碳谷科技有限公司

(72)发明人 齐志军 奚广宏 刘运波 张立坚 曹向宇 赵彦国 姜腾飞 张超 杨昆 李俊辉

(74)专利代理机构 北京志霖恒远知识产权代理事务所(普通合伙) 11435
代理人 李冬梅

(51)Int.Cl.
B01D 3/14(2006.01)
B01D 3/32(2006.01)
B01D 3/42(2006.01)

(56)对比文件
CN 202081039 U,2011.12.21,
CN 104119256 A,2014.10.29,
CN 206329494 U,2017.07.14,
CN 2643968 Y,2004.09.29,
CN 203447800 U,2014.02.26,
CN 204400885 U,2015.06.17,
JP 2004043434 A,2004.02.12,

审查员 郝雅宁

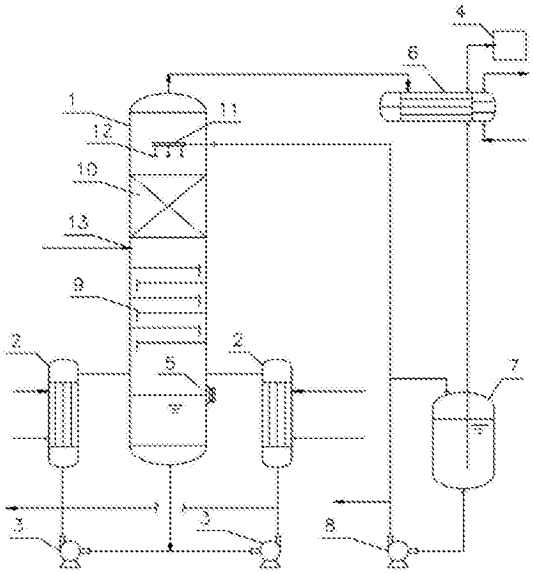
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54)发明名称

一种高性能碳纤维生产中高效回收溶剂的方法

(57)摘要

本申请公开了一种高性能碳纤维生产高效回收溶剂的方法,包括以下步骤:分离:将混合液经精馏塔的进料口输入负压条件下的精馏塔中,待回收的二甲基亚砜溶剂向下流动,经设置在所述精馏塔下方的塔内件II积聚于塔底形成塔釜液;所述塔内件II包括塔盘;所述塔釜液经塔底泵输送至再沸器进行强制循环加热后输入至所述塔内件II下方,自下而上运动与自所述精馏塔进料口流进的混合液逆向接触;使得所述混合液中的水受热蒸发上升,经设置在所述精馏塔的进料口上方的塔内件I后由所述精馏塔的气相出口排出;所述塔内件I包括填料;将塔釜液采出即为回收的二甲基亚砜溶剂。在负压条件下进行单塔提纯,回收二甲基亚砜溶剂,流程短,效率高,能耗低。



CN 107362568 B

1.一种高性能碳纤维生产中高效回收溶剂的方法，其特征在于，仅采用一个塔式装置，包括以下步骤：

分离：将混合液经精馏塔的进料口输入负压条件下的精馏塔中，待回收的二甲基亚砜溶剂向下流动，经设置在所述精馏塔下方的塔内件II积聚于塔底形成塔釜液；所述塔内件II为塔盘；所述塔釜液经塔底泵输送至再沸器进行强制循环加热后输入至所述塔内件II下方，自下而上运动与由所述精馏塔进料口流进的混合液逆向接触；使得所述混合液中的水受热蒸发上升，经设置在所述精馏塔的进料口上方的塔内件I后由所述精馏塔的气相出口排出；所述塔内件I为填料；将塔釜液采出即为回收的二甲基亚砜溶剂；所述精馏塔的塔釜控制温度为115-130℃，塔顶控制温度为35-45℃，塔顶绝对压力在9-12kPa；

冷凝回流：所述精馏塔的气相出口流出的气相经冷凝器冷凝成液态后流入凝液罐，再经凝液泵抽送至所述塔内件I上方，通过分布器和喷嘴向下喷洒，与所述精馏塔内上升气相逆向接触进行传质传热。

2.根据权利要求1所述的高性能碳纤维生产中高效回收溶剂的方法，其特征在于，还包括以下步骤：

再沸器切换：所述再沸器共两个，通常情况下一个处于开启状态另一个处于备用状态；当开启中的所述再沸器需要清洗时，切换至另一再沸器工作，切换下来的再沸器清洗备用。

一种高性能碳纤维生产中高效回收溶剂的方法

技术领域

[0001] 本申请属于化学纤维制造技术领域，具体涉及一种高性能碳纤维生产中高效回收溶剂的装置和方法。

背景技术

[0002] 碳纤维的生产有以下几种溶剂：硫氰化钠、硝酸、二甲基亚砜、二甲基砜和氯化锌。其中世界上最大的碳纤维生产商日本东丽采用的即为二甲基亚砜一步法，相对而言二甲基亚砜要优于其它溶剂。

[0003] 在碳纤维生产中，需要将作为溶剂的二甲基亚砜自其与水的混合液中分离回收。在现有的二甲基亚砜回收技术中，CN201410362761.1专利是通过三次蒸发，在系统正压的情况下最终达到提纯二甲基亚砜的目的。该专利由于多次蒸发并采用在正压下操作，故流程长，设备投资高，生产能耗高，且提纯能力较低。

发明内容

[0004] 鉴于现有技术中的上述缺陷或不足，期望提供一种高性能碳纤维生产高效回收溶剂的方法。

[0005] 第一方面，本申请提供一种高性能碳纤维生产中高效回收溶剂的装置，包括连接有真空系统的精馏塔；精馏塔的进料口位于精馏塔靠近中部位置，精馏塔内于进料口上方位置设有塔内件I，于进料口下方位置设有塔内件II；塔内件I包括填料；塔内件II包括塔盘；精馏塔顶部设有气相出口，底部设有塔釜液出口。本申请是在负压的条件下，经过一个特制的高效精馏塔进行单塔提纯，进料口上下均设有塔内件，优选为不同的塔内件，直接得到高纯度的回收溶剂，是一种短流程、高效率、低能耗的提纯碳纤维生产中所用溶剂的装置。塔内件I包括填料；填料包括规整填料、散堆填料或其组合。塔内件II包括塔盘；塔盘为筛板塔盘、浮阀塔盘、泡罩塔盘、舌形塔盘、网孔塔盘、穿流塔盘或其组合。上部的塔内件I采用填料能提高溶剂分离效率和产品浓度，塔顶回流液也分布均匀，下部的塔内件II采用塔盘结构主要是防止塔底高沸物堵塞填料，同时能够确保清洗的效果好。

[0006] 优选的，上述装置还包括两个交替使用的再沸器；再沸器的进液口通过塔底泵与精馏塔的塔釜液出口相连，蒸汽出口与精馏塔连接。因为待回收溶剂的混合液中含有一定量的高沸物，时间长容易沉积在再沸器管壁上，造成换热器堵塞。两个再沸器(一开一备)，避免了因物料中的高沸物积聚而导致换热器堵塞停车，保证了生产的连续性。塔底设置两台循环泵(一开一备)，一部分塔底液回流进塔，继续提纯，另一部分采出至成品罐。

[0007] 优选的，精馏塔气相出口与冷凝器进口连接；冷凝器凝液出口与冷凝罐连接；真空系统通过冷凝器与精馏塔连接，用于控制精馏塔负压条件并抽走冷凝器中不凝气。冷凝器可以回收塔顶气相使之冷凝成冷凝液存储于凝液罐内。

[0008] 优选的，塔内件I上方设有分布器和喷嘴；喷嘴通过凝液泵与冷凝罐出口连接。塔顶采用凝液作为塔顶回流，用于吸收混杂在精馏塔上升气相中的待回收溶剂，保证塔顶产

生的废水合格。

[0009] 第二方面，本申请还提供一种高性能碳纤维生产中高效回收溶剂的方法，仅采用一个塔式装置，包括以下步骤：

[0010] 分离：将混合液经精馏塔的进料口输入负压条件下的精馏塔中，待回收的溶剂向下流动，经设置在精馏塔下方的塔内件II积聚于塔底形成塔釜液；塔内件II包括塔盘；塔釜液经塔底泵输送至再沸器进行强制循环加热后输入至塔内件II下方，自下而上运动与自精馏塔进料口流进的混合液逆向接触；使得混合液中的水受热蒸发上升，经设置在精馏塔的进料口上方的塔内件I后由精馏塔的气相出口排出；塔内件I包括填料；将塔釜液采出即为回收的溶剂。在负压的条件下，经过一个特制的高效精馏塔进行单塔提纯，进料口上下均设有塔内件，优选为不同的塔内件，直接得到高纯度的回收溶剂，是一种短流程、高效率、低能耗的提纯碳纤维生产中所用溶剂的方法。

[0011] 优选的，上述方法还包括以下步骤：

[0012] 冷凝回流：精馏塔的气相出口流出的气相经冷凝器冷凝成液态后流入凝液罐，再经凝液泵抽送至塔内件I上方，通过分布器和喷嘴向下喷洒，与精馏塔内上升气相逆向接触进行传质传热。冷凝器可以回收塔顶气相使之冷凝成冷凝液存储于凝液罐内，塔顶采用凝液作为塔顶回流，用于吸收混杂在精馏塔上升气相中的待回收溶剂，保证塔顶产生的废水合格。

[0013] 优选的，上述方法还包括以下步骤：

[0014] 再沸器切换：再沸器共两个，通常情况下一个处于开启状态另一个处于备用状态；当开启中的再沸器需要清洗时，切换至另一再沸器工作，切换下来的再沸器清洗备用。因为待回收溶剂的混合液中含有一定量的高沸物，时间长容易沉积在再沸器管壁上，造成换热器堵塞，此时需切换到另一台再沸器继续生产，切换的再沸器清洗备用。

[0015] 优选的，溶剂为二甲基亚砜。

[0016] 优选的，精馏塔的塔釜控制温度为115-130℃，塔顶控制温度为35-45℃，塔顶压力在9-12kPa(A)。负压条件下进行精馏，大大的节约了蒸汽的消耗，达到了节能降耗的目的。

[0017] 本申请具有的优点和积极效果是：本申请是在负压的条件下，经过一个特制的高效精馏塔进行单塔提纯，进料口上下均设有塔内件，优选为不同的塔内件，直接得到高纯度的回收溶剂，是一种短流程、高效率、低能耗的提纯碳纤维生产中所用溶剂的方法。

[0018] 除了上面所描述的本申请解决的技术问题、构成技术方案的技术特征以及由这些技术方案的技术特征所带来的优点之外，本申请所能解决的其他技术问题、技术方案中包含的其他技术特征以及这些技术特征所带来的优点，将在下文中结合附图作进一步详细的说明。

附图说明

[0019] 通过阅读参照以下附图所作的对非限制性实施例所作的详细描述，本申请的其它特征、目的和优点将会变得更明显：

[0020] 图1为本申请实施例提供的高性能碳纤维生产中高效回收溶剂的装置的结构示意图。

[0021] 图中：1、精馏塔；2、再沸器；3、塔底泵；4、真空系统；5、视镜；6、冷凝器；7、凝液罐；

8、凝液泵；9、塔内件II；10、塔内件I；11、分布器；12、喷嘴；13、进料口。

具体实施方式

[0022] 下面结合附图和实施例对本申请作进一步的详细说明。可以理解的是，此处所描述的具体实施例仅仅用于解释相关发明，而非对该发明的限定。另外还需要说明的是，为了便于描述，附图中仅示出了与发明相关的部分。

[0023] 需要说明的是，在不冲突的情况下，本申请中的实施例及实施例中的特征可以相互组合。下面将参考附图并结合实施例来详细说明本申请。

[0024] 实施例1

[0025] 请参考图1，本实施例提供一种高性能碳纤维生产中高效回收溶剂的装置和方法，其中装置包括连接有真空系统4的精馏塔1和两个交替使用的再沸器2。精馏塔1的进料口13位于精馏塔1靠近中部位置，精馏塔1内于进料口13上方位置设有塔内件I 10，于进料口13下方位置设有塔内件II 9；精馏塔1顶部设有气相出口，底部设有塔釜液出口。塔内件I 10包括填料；填料包括规整填料、散堆填料或其组合。塔内件II 9包括塔盘；塔盘为筛板塔盘、浮阀塔盘、泡罩塔盘、舌形塔盘、网孔塔盘、穿流塔盘或其组合。精馏塔1侧壁上设有视镜5，用于观察塔内状态。

[0026] 精馏塔1气相出口与冷凝器6进口连接；冷凝器6凝液出口与冷凝罐7连接；真空系统4通过冷凝器6与精馏塔1连接，用于控制精馏塔1负压条件并抽走冷凝器6中不凝气。塔内件I 10上方设有分布器11和喷嘴12；喷嘴12通过凝液泵8与冷凝罐7出口连接。塔顶采用凝液作为塔顶回流，用于吸收混杂在精馏塔上升气相中的待回收溶剂，保证塔顶产生的废水合格。

[0027] 再沸器2的进液口通过塔底泵3与精馏塔1的塔釜液出口相连，蒸汽出口与精馏塔1连接。待回收溶剂的混合液中含有一定量的高沸物，时间长容易沉积在再沸器2管壁上，造成换热器堵塞，此时需切换到另一台再沸器继续生产，切换的再沸器清洗备用。

[0028] 5m^3/h的30％二甲基亚砜水溶液由精馏塔进料口进入精馏塔，塔釜液经塔底泵输送至再沸器进行强制循环加热，物料中的水在减压下蒸发，上升气相与0.6-0.8m^3/h的塔顶回流液气液交换后进入塔顶；塔顶气相经塔顶冷凝器冷凝后收集至凝液罐，塔顶冷凝器中的不凝气由真空系统抽走，并保持塔顶压力在9-12kPa(A)；精馏塔的塔釜控制温度为115-130℃，塔顶控制温度为35-45℃；经精馏塔处理后，塔顶采出凝液的二甲基亚砜的含量达到ppm级，塔底采出二甲基亚砜的浓度达99.9％以上。

[0029] 实施例2

[0030] 请参考图1，本实施例提供一种高性能碳纤维生产中高效回收溶剂的装置和方法，其中装置包括连接有真空系统4的精馏塔1和两个交替使用的再沸器2。精馏塔1的进料口13位于精馏塔1靠近中部位置，精馏塔1内于进料口13上方位置设有塔内件I 10，于进料口13下方位置设有塔内件II 9；精馏塔1顶部设有气相出口，底部设有塔釜液出口。塔内件I 10包括填料；填料包括规整填料、散堆填料或其组合。塔内件II 9包括塔盘；塔盘为筛板塔盘、浮阀塔盘、泡罩塔盘、舌形塔盘、网孔塔盘、穿流塔盘或其组合。精馏塔1侧壁上设有视镜5，用于观察塔内状态。

[0031] 精馏塔1气相出口与冷凝器6进口连接；冷凝器6凝液出口与冷凝罐7连接；真空系

统4通过冷凝器6与精馏塔1连接，用于控制精馏塔1负压条件并抽走冷凝器6中不凝气。塔内件I 10上方设有分布器11和喷嘴12；喷嘴12通过凝液泵8与冷凝罐7出口连接。塔顶采用凝液作为塔顶回流，用于吸收混杂在精馏塔上升气相中的待回收溶剂，保证塔顶产生的废水合格。

[0032] 再沸器2的进液口通过塔底泵3与精馏塔1的塔釜液出口相连，蒸汽出口与精馏塔1连接。待回收溶剂的混合液中含有一定量的高沸物，时间长容易沉积在再沸器2管壁上，造成换热器堵塞，此时需切换到另一台再沸器继续生产，切换的再沸器清洗备用。

[0033] 5m^3/h的35％二甲基亚砜水溶液由精馏塔进料口进入精馏塔，塔釜液经塔底泵输送至再沸器进行强制循环加热，物料中的水在减压下蒸发，上升气相与0.55-0.65m^3/h的塔顶回流液气液交换后进入塔顶；塔顶气相经塔顶冷凝器冷凝后收集至凝液罐，塔顶冷凝器中的不凝气由真空系统抽走，并保持塔顶压力在9-12kPa(A)；精馏塔的塔釜控制温度为115-130℃，塔顶控制温度为35-45℃；经精馏塔处理后，塔顶采出凝液的二甲基亚砜的含量达到ppm级，塔底采出二甲基亚砜的浓度达99.9％以上。

[0034] 实施例3

[0035] 请参考图1，本实施例提供一种高性能碳纤维生产中高效回收溶剂的装置和方法，其中装置包括连接有真空系统4的精馏塔1和两个交替使用的再沸器2。精馏塔1的进料口13位于精馏塔1靠近中部位置，精馏塔1内于进料口13上方位置设有塔内件I 10，于进料口13下方位置设有塔内件II 9；精馏塔1顶部设有气相出口，底部设有塔釜液出口。塔内件I 10包括填料；填料包括规整填料、散堆填料或其组合。塔内件II 9包括塔盘；塔盘为筛板塔盘、浮阀塔盘、泡罩塔盘、舌形塔盘、网孔塔盘、穿流塔盘或其组合。精馏塔1侧壁上设有视镜5，用于观察塔内状态。

[0036] 精馏塔1气相出口与冷凝器6进口连接；冷凝器6凝液出口与冷凝罐7连接；真空系统4通过冷凝器6与精馏塔1连接，用于控制精馏塔1负压条件并抽走冷凝器6中不凝气。塔内件I 10上方设有分布器11和喷嘴12；喷嘴12通过凝液泵8与冷凝罐7出口连接。塔顶采用凝液作为塔顶回流，用于吸收混杂在精馏塔上升气相中的待回收溶剂，保证塔顶产生的废水合格。

[0037] 再沸器2的进液口通过塔底泵3与精馏塔1的塔釜液出口相连，蒸汽出口与精馏塔1连接。待回收溶剂的混合液中含有一定量的高沸物，时间长容易沉积在再沸器2管壁上，造成换热器堵塞，此时需切换到另一台再沸器继续生产，切换的再沸器清洗备用。

[0038] 5m^3/h的35％二甲基亚砜水溶液由精馏塔进料口进入精馏塔，塔釜液经塔底泵输送至再沸器进行强制循环加热，物料中的水在减压下蒸发，上升气相与0.55-0.65m^3/h的塔顶回流液气液交换后进入塔顶；塔顶气相经塔顶冷凝器冷凝后收集至凝液罐，塔顶冷凝器中的不凝气由真空系统抽走，并保持塔顶压力在9-12kPa(A)；精馏塔的塔釜控制温度为115-130℃，塔顶控制温度为35-45℃；经精馏塔处理后，塔顶采出凝液的二甲基亚砜的含量达到ppm级，塔底采出二甲基亚砜的浓度达99.9％以上。

[0039] 从上述实施例中可以看出，本申请主要针对碳纤维生产中产生的二甲基亚砜和水的混合物采用精馏的工艺，将二甲基亚砜和水进行分离，得到高浓度的二甲基亚砜的同时又能使水达标排放。经精馏塔处理后，塔顶采出凝液的二甲基亚砜的含量达到ppm级，塔底采出二甲基亚砜的浓度达99.9％以上。

[0040] 本领域技术人员应当知道，本申请提供的高效溶剂回收装置和方法也可以用于某些其他沸点较高、不易挥发物质的分离、提纯、回收，如二甲基甲酰胺(DMF)、醋酸酐(Ac_2O)、六甲基磷酰三胺(HMPA)；因此采用本申请提供的装置和方法回收其他相似特征的物质也在本申请的保护范围之内。

[0041] 以上描述仅为本申请的较佳实施例以及对所运用技术原理的说明。本领域技术人员应当理解，本申请中所涉及的发明范围，并不限于上述技术特征的特定组合而成的技术方案，同时也应涵盖在不脱离所述发明构思的情况下，由上述技术特征或其等同特征进行任意组合而形成的其它技术方案。例如上述特征与本申请中公开的(但不限于)具有类似功能的技术特征进行互相替换而形成的技术方案。

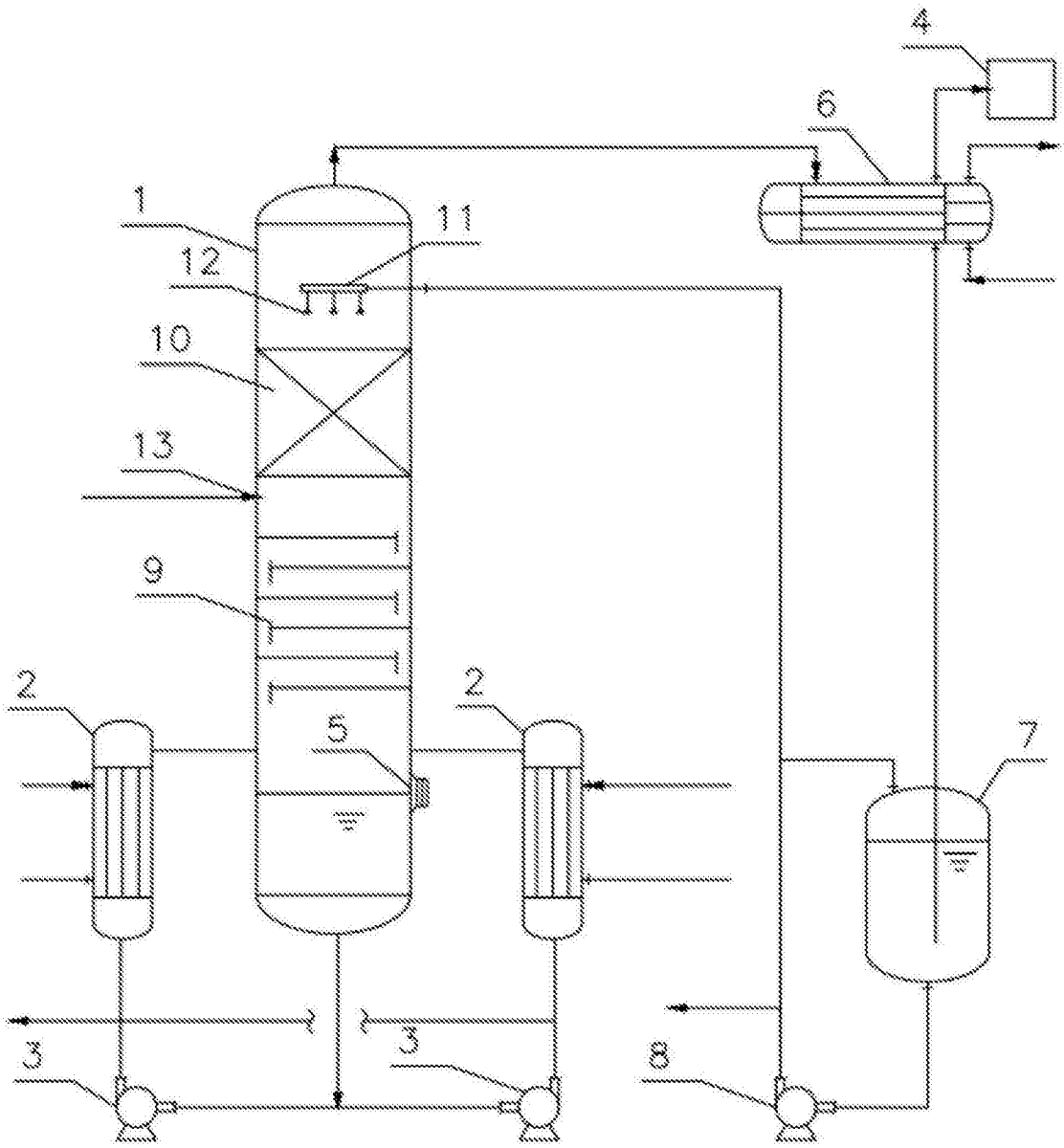


图1