



(12) 发明专利



(10) 授权公告号 CN 111574484 B

(45) 授权公告日 2021.11.09

(21) 申请号 202010524710.X

(22) 申请日 2020.06.10

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 111574484 A

(43) 申请公布日 2020.08.25

(73) 专利权人 浙江博澳新材料股份有限公司

地址 312369 浙江省绍兴市上虞区杭州湾

上虞经济技术开发区纬三路3号

(72) 发明人 吴礼富 徐建国 阮永庆

(74) 专利代理机构 绍兴上虞鸿鸣知识产权代理

事务所(普通合伙) 33363

代理人 马鸿杰

(51) Int.Cl.

C07D 307/77 (2006.01)

(56) 对比文件

US 2004059044 A1, 2004.03.25

CN 104557504 A, 2015.04.29

CN 110759545 A, 2020.02.07

CN 104893340 A, 2015.09.09

CN 102212029 A, 2011.10.12

CN 101817989 A, 2010.09.01

WO 2004024801 A1, 2004.03.25

审查员 漆晶

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种节水环保的酸酐制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种节水环保的酸酐制备方法,包括以下步骤:1)在氧化锅中按双氰与质量百分浓度为98%的浓硫酸以质量比1:6将双氰缓慢投入到浓硫酸中;2)溶解反应好的物料转移至水解稀释锅;3)将稀释后的质量百分浓度小于等于35%的废酸缓慢滴加至水解稀释锅中,至酸酐结晶析出后降温压滤;4)压滤出的废酸母液进入废酸母液收集罐收集;5)将部分废酸母液用水和/或稀废酸稀释成质量百分浓度小于等于35%的废酸后在步骤3中套用。采用该种酸酐制备方法能够有效减少废酸的产出,有效降低了废酸的处理成本,实现了节水减排降本增效的目的,并且不影响所制备出的酸酐的含量及收率。

1. 一种节水环保的酸酐制备方法,其特征在于:包括以下步骤:1)在氧化锅中按双氰与质量百分浓度为98%的浓硫酸以质量比1:6将双氰缓慢投入到浓硫酸中;2)溶解反应好的物料转移至水解稀释锅;3)将稀释后的质量百分浓度小于等于35%的废酸经超级膜过滤后,再经过活性炭吸附缓慢滴加至水解稀释锅中,至酸酐结晶析出后降温压滤;4)压滤出的废酸母液进入废酸母液收集罐收集;5)将部分废酸母液用水和/或稀废酸稀释成质量百分浓度小于等于35%的废酸后在步骤3中套用。

2. 如权利要求1所述的一种节水环保的酸酐制备方法,其特征在于:在压滤完成之后包括洗涤压滤机的步骤,步骤5中的稀废酸为洗涤压滤机所得。

3. 如权利要求1所述的一种节水环保的酸酐制备方法,其特征在于:多余的废酸母液与磷矿粉在密闭的反应罐内反应制成磷肥。

4. 如权利要求1所述的一种节水环保的酸酐制备方法,其特征在于:步骤3中,稀释后的废酸的质量百分浓度小于等于15%。

一种节水环保的酸酐制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于酸酐制备方法技术领域,具体是一种节水环保的酸酐制备方法。

背景技术

[0002] 节能减排,是染料制造行业永恒的主题,尤其在蒽醌型分散染料的合成过程中显得尤为重要,由于其合成工艺路线长,工艺复杂,产生的酸性废水、碱性废水、高盐废水较多,给后面的污水处理造成了较大的负担和处理成本,不利于企业长远发展。

[0003] 目前针对蒽醌型分散染料合成工艺中产生的酸性废水浓度在60%左右,而且在压滤过程中会产生大量的低浓度废酸,高浓度废酸常用的处理办法是:(1)酸性废水经过液氨中和-活性炭吸附-MVR三效蒸馏浓缩得硫酸铵化肥;(2)废酸与铁、铝的化学反应得污水絮凝剂。低浓度废酸常用的处理办法是:废酸经过浓缩蒸发掉一部分水得较高浓度的酸再回收利用等;所有这些方法,要么投入生产设备成本较高,处理成本高,要么处理量有限,仍然不利于节水环保。

发明内容

[0004] 本发明针对现有技术不足,提供一种节水环保的酸酐制备方法,这种酸酐制备方法将蒽醌型分散染料产生的废酸母液循环利用,成功地实现了低成本的节水减排环保的酸酐制备方法,有效降低了废酸的处理成本,实现了节水减排降本增效的目的,并且不影响所制备出的酸酐的含量及收率。

[0005] 为了解决上述技术问题,本发明通过下述技术方案得以解决:一种节水环保的酸酐制备方法,包括以下步骤:1)在氧化锅中按双氰与质量百分浓度为98%的浓硫酸以质量比1:6将双氰缓慢投入到浓硫酸中;2)溶解反应好的物料转移至水解稀释锅;3)将稀释后的质量百分浓度小于等于35%的废酸缓慢滴加至水解稀释锅中,至酸酐结晶析出后降温压滤;4)压滤出的废酸母液进入废酸母液收集罐收集;5)将部分废酸母液用水和/或稀废酸稀释成质量百分浓度小于等于35%的废酸后在步骤3中套用。采用该种酸酐制备方法能够有效减少废酸的产出,将蒽醌型分散染料产生的废酸母液经稀释后循环利用,成功地实现了低成本的节水减排环保的酸酐制备方法,有效降低了废酸的处理成本,实现了节水减排降本增效的目的,并且不影响所制备出的酸酐的含量及收率。

[0006] 上述技术方案中,优选的,步骤3中,加入的质量百分浓度小于等于35%的废酸经超级膜过滤后缓慢滴加至水解稀释锅中。将质量百分浓度小于等于35%的废酸经超级膜过滤后可以滤除盐分等杂质,使得用该废酸水解制备出的酸酐制备而成的染料的色差减小。

[0007] 上述技术方案中,优选的,加入的质量百分浓度小于等于35%的废酸经超级膜过滤后、再经过活性炭吸附缓慢滴加至水解稀释锅中。将质量百分浓度小于等于35%的废酸经超级膜过滤后可以滤除盐分等杂质,活性炭能够吸附废酸母液微量的有机物并脱色,使得用该废酸水解制备出的酸酐制备而成的染料的色差进一步减小。

[0008] 上述技术方案中,优选的,在压滤完成之后包括洗涤压滤机的步骤,步骤5中的稀

废酸为洗涤压滤机所得。通过清水洗涤压滤机产生的稀废酸,再将稀废酸用于稀释废酸母液,使得部分废酸母液能够重复套用,减少需处理的废酸总量,减少废酸的处理成本,实现了节水减排降本增效的目的。

[0009] 上述技术方案中,优选的,多余的废酸母液与磷矿粉在密闭的反应罐内反应制成磷肥。由于随着生产的进行废酸量会逐渐增多,一部分废酸稀释后重复套用于水解,另一部分用于生产磷肥,降低废酸处理成本,对废酸用于磷肥生产,产生经济效益。

[0010] 上述技术方案中,优选的,步骤3中,稀释后的废酸的质量百分浓度小于等于15%。百分比含量小于等于15%的废酸液水解析出而制备酸酐,不仅酸酐含量及收率不受到影响,而且用该酸酐制备成分散染料原染料后的色光几乎与用自来水滴加制备的分散染料原料的色光相同。

[0011] 本发明与现有技术相比,具有如下有益效果:采用该种酸酐制备方法能够有效减少废酸的产出,将蒽醌型分散染料产生的废酸母液经稀释后循环利用,成功地实现了低成本的节水减排环保的酸酐制备方法,有效降低了废酸的处理成本,实现了节水减排降本增效的目的,并且不影响所制备出的酸酐的含量及收率。

具体实施方式

[0012] 下面结合具体实施方式和对比例对本发明作进一步详细描述:对比例,在氧化锅中按照双氧:浓硫酸=1:6投料重量比例将400Kg双氧慢慢投入到2400Kg的98%的浓硫酸中,溶解反应好的物料打入稀释水解锅,在水解稀释锅计量槽慢慢滴加3200Kg自来水稀释至酸酐结晶析出,压滤,烘干,得到酸酐;压滤出的废酸母液进入废酸母液收集罐收集备用,清洗压滤机得稀废酸进入稀废酸收集罐备用,所得酸酐的含量及收率分别为97.24%、99.86%。

[0013] 实施例1,在氧化锅中按照双氧:浓硫酸=1:6投料重量比例,将400Kg双氧慢慢投入到2400Kg的98%的浓硫酸中;溶解反应好的物料打入稀释水解锅;用对比例1产生的废酸母液和稀废酸混合制备3200Kg百分比含量为15%废酸液,用该稀释后的废酸液经超级膜过滤后、再经过活性炭吸附慢慢滴加稀释至酸酐结晶析出,压滤,烘干得到酸酐;压滤出的废酸母液进入废酸母液收集罐收集备用。清洗压滤机得稀废酸进入稀废酸收集罐备用,所得酸酐的含量及收率分别为97.56%和99.53%。

[0014] 实施例2,在氧化锅中按照双氧:浓硫酸=1:6投料重量比例,将400Kg双氧慢慢投入到2400Kg的98%的浓硫酸中;溶解反应好的物料打入稀释水解锅;用对比例1产生的废酸母液和稀废酸混合制备3200Kg百分比含量为30%废酸液,用该稀释后的废酸液经超级膜过滤后、再经过活性炭吸附慢慢滴加稀释至酸酐结晶析出,压滤,烘干得到酸酐;压滤出的废酸母液进入废酸母液收集罐收集备用。清洗压滤机得稀废酸进入稀废酸收集罐备用,所得酸酐的含量及收率分别为97.41%和99.12%。

[0015] 实施例3,在氧化锅中按照双氧:浓硫酸=1:6投料重量比例,将400Kg双氧慢慢投入到2400Kg的98%的浓硫酸中;溶解反应好的物料打入稀释水解锅;用对比例1产生的废酸母液和稀废酸混合制备3200Kg百分比含量为35%废酸液,用该稀释后的废酸液经超级膜过滤后、再经过活性炭吸附慢慢滴加稀释至酸酐结晶析出,压滤,烘干得到酸酐;压滤出的废酸母液进入废酸母液收集罐收集备用。清洗压滤机得稀废酸进入稀废酸收集罐备用,所得酸酐的含量及收率分别为97.42%和98.93%。

[0016] 将上述对比比例以及实施例制备的酸酐,经过与3-甲氧基丙胺缩合分别得到分散翠蓝原染料。将实施例1-3所的分散翠蓝原染料与对比比例制得的分散染料做染色对比试验,实施例1所得的酸酐制备的分散翠蓝染料染色后色光偏黄红些,总色差DE=0.01;实施例2所得的酸酐制备的分散翠蓝染料染色后色光偏黄红些,总色差DE=0.15;实施例3所得的酸酐制备的分散翠蓝染料染色后色光近似,总色差DE=0.28。因此用实施例2和实施例3制备的酸酐可以用于制备对色光要求并不高的分散染料原染料,而用实施例1制备的酸酐制备而成的分散染料原染料与用自来水滴加制备的分散染料原染料基本相同。通过对比分析可知,用百分比含量小于等于35%废酸液水解析出酸酐,不仅酸酐的含量及收率不会影响,而且制备成分散染料原染料后的色光影响不大,可适用于对色光要求并不高的分散染料原染料的制备,特别是百分比含量小于等于15%的废酸液水解析出的酸酐,制备成分散染料原染料后的色光几乎与用自来水滴加制备的分散染料原染料的色光相同。

[0017] 上述各实施例所产生的废酸母液可进行多次重复套用,重复套用所得的酸酐含量、收率以及色差与单次套用所得的酸酐含量、收率以及色差结果基本一致。

[0018] 通过上述实施例的方法制备酸酐,可大大减少废酸母液的产出,节省大量的水,并且产出的多余的废酸母液仍可用于与磷矿粉在密闭的反应罐内反应制成磷肥。有效降低了废酸的处理成本,实现了节水减排降本增效的目的。本发明环保效益、经济效益显著。

[0019] 以上仅是本发明的优选实施方式,应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明原理的前提下,还可以做出若干改进和润饰,这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。