



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 113683501 B

(45) 授权公告日 2024. 01. 26

(21) 申请号 202111061515.9

C07C 51/43 (2006.01)

(22) 申请日 2021.09.10

C07C 51/47 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

C07C 53/10 (2006.01)

申请公布号 CN 113683501 A

C07C 231/24 (2006.01)

C07C 233/05 (2006.01)

(43) 申请公布日 2021.11.23

(56) 对比文件

(73) 专利权人 郑州中科新兴产业技术研究院

CN 103920603 A, 2014.07.16

地址 450000 河南省郑州市金水区杨金路

CN 105272843 A, 2016.01.27

牛顿国际A座10层

CN 108358807 A, 2018.08.03

CN 110423192 A, 2019.11.08

(72) 发明人 余敏 聂毅 张凯亮 刘雪

WO 2017190299 A1, 2017.11.09

张敏鑫 王斌琦

审查员 杨杰

(74) 专利代理机构 郑州优盾知识产权代理有限公司 41125

专利代理师 孙诗雨

(51) Int. Cl.

C07C 51/42 (2006.01)

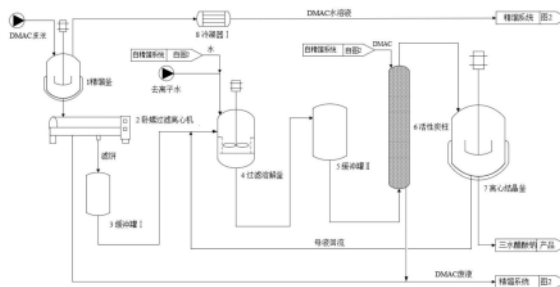
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种含醋酸钠、二甲基乙酰胺废液的高效分离及回收方法

(57) 摘要

本发明提供了一种含醋酸钠、二甲基乙酰胺废液的高效分离及回收方法。包括步骤：(1) 将含醋酸钠和二甲基乙酰胺 (DMAC) 的废液投入精馏釜中进行精馏，除去废液中的水和部分DMAC，得到浓缩废液；(2) 利用卧螺过滤离心机对浓缩废液进行过滤，过滤后所得醋酸钠滤饼投入过滤溶解釜中，加去离子水溶解过滤，得到滤液；(3) 将滤液通入活性炭柱进行脱色，脱色后结晶、分离，得到三水醋酸钠。本发明能够实现含醋酸钠、DMAC废液中醋酸钠和DMAC的高效分离及回收，DMAC回收率高达96%以上，所得醋酸钠纯度达98%以上。不仅减少废液、废渣排放，回收的DMAC可应用于氨纶纺丝系统，进一步实现了资源高值化利用。



1. 一种含醋酸钠、二甲基乙酰胺废液的高效分离及回收方法,其特征在于步骤如下:

(1) 将含醋酸钠和二甲基乙酰胺的废液投入精馏釜中进行精馏,除去废液中的水和部分二甲基乙酰胺,得到浓缩废液,精馏所得二甲基乙酰胺水溶液排入精馏系统精馏回收;

(2) 利用卧螺过滤离心机对浓缩废液进行过滤,浓缩废液过滤后所得二甲基乙酰胺滤液排入精馏系统精馏回收,浓缩废液过滤后所得醋酸钠滤饼投入过滤溶解釜中,加去离子水溶解过滤,得到滤液;

(3) 将滤液通入活性炭柱进行脱色,脱色后结晶、分离,得到三水醋酸钠;

所述步骤(1)的废液中二甲基乙酰胺含量为75 wt%~85 wt%,醋酸钠含量为5 wt%~10 wt%;

所述步骤(1)中精馏釜精馏温度为100~120℃,真空度为0.090~0.095 Mpa;

所述步骤(3)中的活性炭柱采用回收的二甲基乙酰胺进行再生,活性炭柱再生后循环使用,再生活性炭柱后的二甲基乙酰胺排入精馏系统回收再利用。

2. 根据权利要求1所述的含醋酸钠、二甲基乙酰胺废液的高效分离及回收方法,其特征在于:所述步骤(1)中浓缩废液中的固体含量为25wt%~75wt%。

3. 根据权利要求1所述的含醋酸钠、二甲基乙酰胺废液的高效分离及回收方法,其特征在于:所述步骤(2)中醋酸钠滤饼和去离子水的质量比为1:(1.0~1.3),醋酸钠滤饼溶解温度为50~70℃。

4. 根据权利要求1所述的含醋酸钠、二甲基乙酰胺废液的高效分离及回收方法,其特征在于:所述步骤(3)中结晶后的母液统一收集后返回过滤溶解釜溶解醋酸钠滤饼,使得溶解后溶液密度为1.2~1.3 g/cm³。

5. 根据权利要求1所述的含醋酸钠、二甲基乙酰胺废液的高效分离及回收方法,其特征在于:所述步骤(3)中滤液停留时间为0.5 h~1 h,活性炭柱中活性炭的填充密度为80%~90%,活性炭柱的夹套水浴温度为50~70℃。

一种含醋酸钠、二甲基乙酰胺废液的高效分离及回收方法

技术领域

[0001] 本发明涉及工业废液、废渣处理领域,具体涉及一种含醋酸钠、二甲基乙酰胺废液的高效分离及回收方法。

背景技术

[0002] 在氨纶生产中,二甲基乙酰胺(DMAC)作为聚合物溶剂以及纺丝部件清洗剂被大量使用。在高温溶解过程中DMAC分解产生大量含醋酸的DMAC废液,废液加入碱液中和后产生大量含醋酸钠的DMAC废液。废液中含有纺丝原液分解物,此类分解物多为结构复杂的有机物且种类繁多,难以分离。除此之外回收大部分DMAC之后残留的醋酸钠残渣通常被当作危废品通过焚烧处理,不仅污染环境,而且造成资源浪费。

[0003] 专利CN108358807B中提到了一种酸性DMF及废渣醋酸钠的回收处理方法,在酸性DMF与碱液中和反应后,先降温结晶,再用压滤机分离滤液和滤饼,滤饼经脱色后进行结晶、离心,最终得到醋酸钠。虽然该方法能够实现醋酸钠与DMAC的分离,但是该方法存在以下问题需要解决:(1)碱液中的水以及中和反应后产生的副产物水会溶解部分醋酸钠,经过压滤后,滤液中含有少量醋酸钠,增加了后期DMF回收的难度及成本,降低了体系中醋酸钠回收率;(2)压滤机工作时滤饼暴露在空气中,易造成环境污染;(3)溶解脱色方法易造成VOC排放,且会增加固废的排放,污染环境。

[0004] 专利CN110423192A公开了一种氨纶DMAC/醋酸有机废液的回收方法,该方法所采用的电渗析技术脱盐效果不彻底,纳滤技术成本相对较高。

发明内容

[0005] 针对以上现有技术存在的缺点和不足之处,本发明提供了一种含醋酸钠、二甲基乙酰胺废液的高效分离及回收方法,能够高效分离回收醋酸钠和DMAC,且能更大程度地减少VOC和固废的排放,降低回收成本。

[0006] 实现本发明的技术方案是:一种含醋酸钠、二甲基乙酰胺废液的高效分离及回收方法,其步骤如下:

[0007] (1)将含醋酸钠和DMAC的废液投入精馏釜中进行精馏,除去废液中的水和部分DMAC,得到浓缩废液,精馏所得DMAC水溶液排入精馏系统精馏回收;

[0008] (2)利用卧螺过滤离心机对浓缩废液进行过滤,浓缩废液过滤后所得DMAC滤液排入精馏系统精馏回收,浓缩废液过滤后所得醋酸钠滤饼投入过滤溶解釜中,加去离子水溶解过滤,得到滤液;

[0009] (3)将滤液通入活性炭柱进行脱色,脱色后结晶、分离,得到三水醋酸钠。

[0010] 进一步,所述步骤(1)的废液中DMAC含量为75wt%~85wt%,醋酸钠含量为5 wt%~10 wt%。

[0011] 进一步,所述步骤(1)中精馏釜精馏温度为100~120℃,真空度为0.090~0.095 MPa。

[0012] 进一步,所述步骤(1)中浓缩废液中的固体含量为25wt%~75wt%。

[0013] 进一步,所述步骤(2)中醋酸钠滤饼和去离子水的质量比为1:(1.0~1.3),醋酸钠滤饼溶解温度为50~70℃。

[0014] 进一步,所述步骤(3)中滤液停留时间为0.5 h~1 h,活性炭柱中活性炭的填充密度为80%~90%,活性炭柱的夹套水浴温度为50~70℃。

[0015] 进一步,所述步骤(3)中的活性炭柱采用回收的DMAC进行再生,活性炭柱再生后循环使用,再生活性炭柱后的DMAC排入精馏系统回收再利用。

[0016] 进一步,所述步骤(3)中结晶后的母液统一收集后返回过滤溶解釜溶解醋酸钠滤饼,使得溶解后溶液密度为1.2~1.3 g/cm³。

[0017] 本发明的有益效果是:(1)本发明通过精馏优先除去废液中的水和部分DMAC,避免直接过滤分离醋酸钠和DMAC,造成部分醋酸钠溶于DMAC滤液的水中,以致于在回收DMAC后,产生大量醋酸钠残渣,所述方法提高了废液中醋酸钠的回收率,更大程度地减少固废排放,降低回收成本。

[0018] (2)本发明采用活性炭柱对醋酸钠滤液进行脱色,减少VOC排放,炭柱再生后可循环利用,更大程度减少固废(活性炭粉末)排放,降低环境污染。

[0019] (3)本发明采用卧螺过滤离心机代替传统的压滤机分离废液中的DMAC和醋酸钠,能够避免醋酸钠滤饼暴露在空气中,污染环境。

[0020] (4)本发明采用过滤溶解釜对醋酸钠滤饼进行溶解、过滤,采用离心结晶釜进行结晶、分离,减少了物料转移,降低生产成本。

[0021] (5)本发明回收的DMAC可循环再利用,醋酸钠的回收减少了资源浪费,实现资源高值化利用。

附图说明

[0022] 图1为本发明DMAC、醋酸钠分离工艺图;

[0023] 图2为本发明 DMAC回收工艺图。

[0024] 其中,1-精馏釜;2-卧螺过滤离心机;3-缓冲罐I;4-过滤溶解釜;5-缓冲罐II;6-活性炭柱;7-离心结晶釜;8-冷凝器I;9-脱水塔;10-DMAC精制塔;11-冷凝器II;12-冷凝器III。

具体实施方式

[0025] 下面结合具体实施例,对本发明做进一步说明。应理解,以下实施例仅用于说明本发明而非用于限制本发明的范围,该领域的技术熟练人员可以根据上述发明的内容作出一些非本质的改进和调整。

[0026] 实施例1

[0027] 本实施例的一种含醋酸钠、二甲基乙酰胺废液的高效分离及回收方法,废液中DMAC含量约为75 wt%,醋酸钠含量约为8wt%,步骤如下:

[0028] (1)将含醋酸钠和DMAC的废液投入精馏釜中,开启加热,加热温度为115℃,真空度为0.093 MPa,直至浓缩废液中固体含量为35wt%,停止精馏,DMAC水溶液去精馏系统分离回收,分离得到的水去过滤溶解釜溶解醋酸钠滤饼;

[0029] (2)将步骤(1)所得固含量为35wt%的浓缩废液输送到卧螺过滤离心机进行过滤,

滤饼排入缓冲罐 I 中,DMAC 滤液排入精馏系统精馏回收;缓冲罐 I 中的滤饼投入过滤溶解釜中,加入与滤饼等质量的去离子水,开启加热和搅拌,溶解温度为 50℃,待滤饼溶解完全后,停止加热和搅拌,在过滤溶解釜中进行过滤,滤液排入缓冲罐 II 中;步骤 (1) 和步骤 (2) 中 DMAC 回收率为 96%,回收的 DMAC 用作活性炭柱再生溶剂及氨纶纺丝清洗剂;

[0030] (3) 将缓冲罐 II 中的滤液泵入活性炭柱中进行脱色,活性炭柱填充密度为 80%,缓冲罐 II 温度与活性炭柱夹套水浴温度一致,设为 50℃,滤液在活性炭柱中的停留时间为 0.5 h,滤液颜色接近水的颜色时停止脱色,脱色后的液体排入离心结晶釜进行结晶、分离,得到三水醋酸钠,醋酸钠纯度为 98.2%。结晶后的母液集中返回到过滤溶解釜溶解醋酸钠滤饼,溶解后溶液密度为 1.25 g/cm³。

[0031] 实施例 2

[0032] 本实施例的一种含醋酸钠、二甲基乙酰胺废液的高效分离及回收方法,废液中 DMAC 含量约为 80 wt%,醋酸钠含量约为 10 wt%,步骤如下:

[0033] (1) 将含醋酸钠、DMAC 废液投入精馏釜中,开启加热,加热温度为 110℃,真空度为 0.095 MPa,直至浓缩废液中固体含量为 55wt%,停止精馏,DMAC 水溶液去精馏系统分离回收,分离得到的水去过滤溶解釜溶解醋酸钠滤饼;

[0034] (2) 将步骤 (1) 所得固含量为 55wt% 的浓缩废液输送到卧螺过滤离心机进行过滤,滤饼排入缓冲罐 I 中,DMAC 滤液排入精馏系统精馏回收;缓冲罐 I 中的滤饼投入过滤溶解釜中,加入去离子水,去离子水质量为滤饼的 1.2 倍,开启加热和搅拌,溶解温度为 60℃,待滤饼溶解完全后,停止加热和搅拌,在过滤溶解釜中进行过滤,滤液排入缓冲罐 II 中;步骤 (1) 和步骤 (2) 中 DMAC 回收率为 98%,回收的 DMAC 用作活性炭柱再生溶剂及氨纶纺丝清洗剂;

[0035] (3) 将缓冲罐 II 中的滤液泵入活性炭柱中进行脱色,活性炭柱填充密度为 90%,缓冲罐 II 温度与活性炭柱夹套水浴温度一致,设为 60℃,滤液在活性炭柱中的停留时间为 1 h,滤液颜色接近水的颜色时停止脱色,脱色后的液体排入离心结晶釜中进行结晶、分离,得到三水醋酸钠,醋酸钠纯度为 98.7%。结晶后的母液集中返回到过滤溶解釜溶解醋酸钠滤饼,溶解后溶液密度为 1.27 g/cm³。

[0036] 实施例 3

[0037] 本实施例的一种含醋酸钠、二甲基乙酰胺废液的高效分离及回收方法,废液中 DMAC 含量约为 85 wt%,醋酸钠含量约为 5 wt%,步骤如下:

[0038] (1) 将含醋酸钠、DMAC 废液投入精馏釜中,开启加热,加热温度为 120℃,真空度为 0.090 MPa,直至浓缩废液中固体含量为 65wt%,停止精馏,DMAC 水溶液去精馏系统分离回收,分离得到的水去过滤溶解釜溶解醋酸钠滤饼;

[0039] (2) 将步骤 (1) 所得固含量为 65wt% 的浓缩废液输送到卧螺过滤离心机进行过滤,滤饼排入缓冲罐 I 中,DMAC 滤液排入精馏系统精馏回收;缓冲罐 I 中的滤饼投入过滤溶解釜中,加入去离子水,去离子水质量为滤饼的 1.3 倍,开启加热和搅拌,溶解温度为 70℃,待滤饼溶解完全后,停止加热和搅拌,在过滤溶解釜中进行过滤,滤液排入缓冲罐 II 中;步骤 (1) 和步骤 (2) 中 DMAC 回收率为 97%,回收的 DMAC 用作活性炭柱再生溶剂及氨纶纺丝清洗剂;

[0040] (3) 将缓冲罐 II 中的滤液泵入活性炭柱中进行脱色,活性炭柱填充密度为 85%,缓冲罐 II 温度与活性炭柱夹套水浴温度一致,设为 70℃,滤液在活性炭柱中的停留时间为 0.8 h,滤液颜色接近水的颜色时停止脱色,脱色后的液体排入离心结晶釜进行结晶、分离,得到

三水醋酸钠,醋酸钠纯度为99.2%。结晶后的母液集中返回到过滤溶解釜溶解醋酸钠滤饼,溶解后溶液密度为1.23 g/cm³。

[0041] 以上显示和描述了本发明的基本原理和主要特征以及本发明的优点。本行业的技术人员应该了解,本发明不受上述实施例的限制,上述实施例和说明书中描述的只是说明本发明的原理,在不脱离本发明精神和范围的前提下,本发明还会有各种变化和进步,这些变化和进步都落入要求保护的本发明范围内。本发明要求保护范围由所附的权利要求书及其等效物界定。

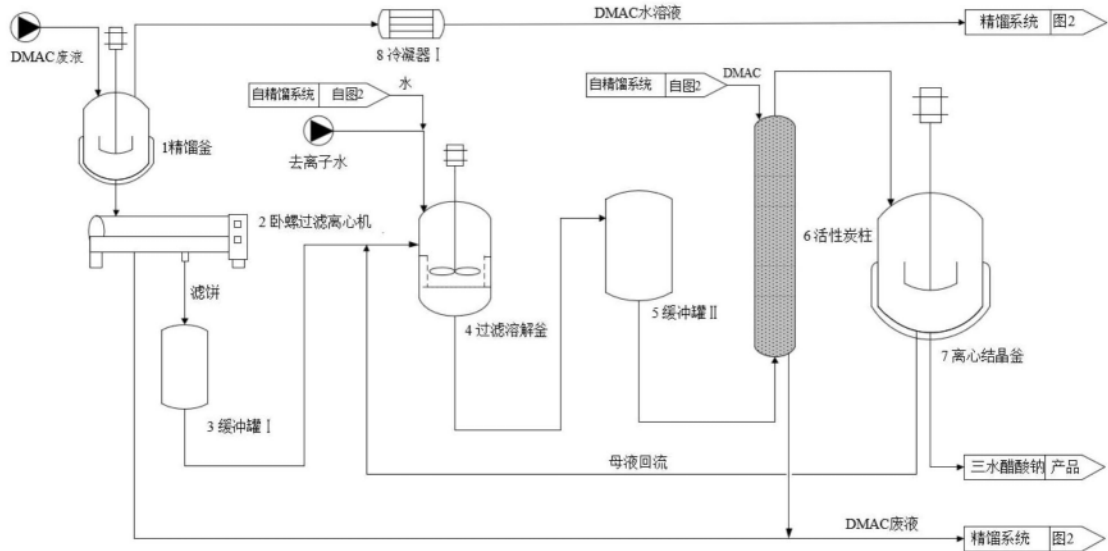


图1

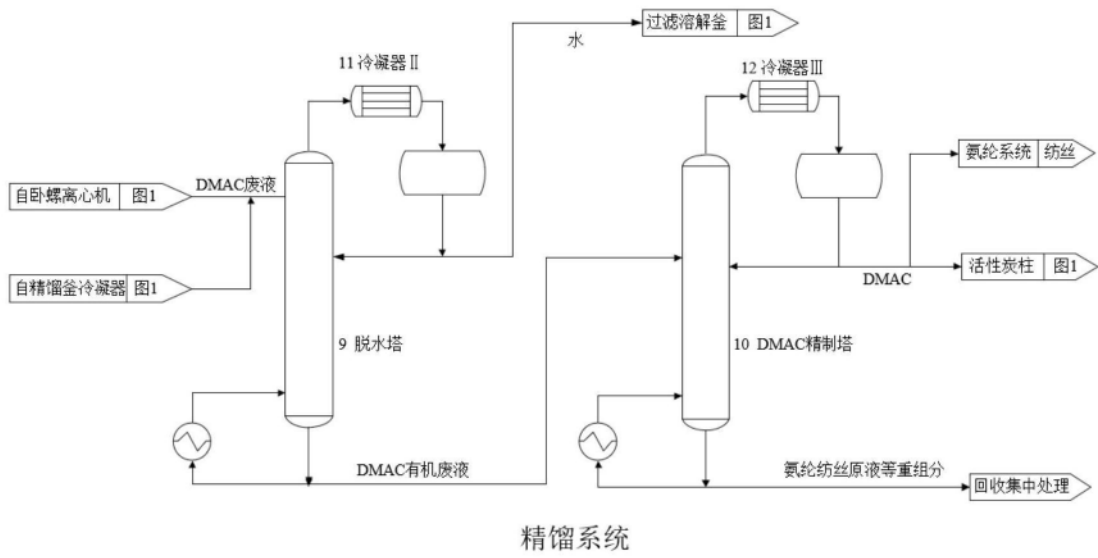


图2