(19)国家知识产权局

(12)实用新型专利

(10)授权公告号 CN 220634357 U
(45)授权公告日 2024.03.22

(21)申请号 202322126797.7
(22)申请日 2023.08.08
(73)专利权人 天津市天地创智科技发展有限公司
地址 300000 天津市滨海新区华苑产业区海泰华科三路1号3号楼-1-708室-1
(72)发明人 张敏卿 訾灿 温洪鹏 郭长宁 段曼 李建昌 刘玉东 刘秉言
(74)专利代理机构 天津市君砚知识产权代理有限公司 12239
专利代理师 高文迪
(51)Int.Cl.
B01J 19/24(2006.01)
C07D 223/10(2006.01)
B01J 19/00(2006.01)
C07D 201/04(2006.01)

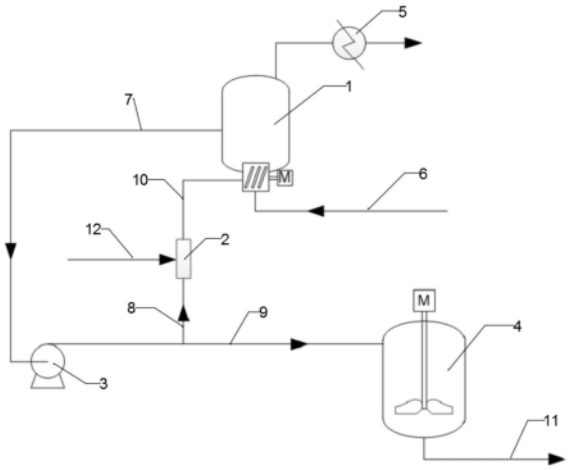
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54)实用新型名称

一种用于环己酮肟贝克曼重排反应的设备

(57)摘要

本实用新型公开了一种用于环己酮肟贝克曼重排反应的设备，包括物料循环泵、在线混合器、高剪切反应器和搅拌熟化器，所述高剪切反应器的进料口连接有环己酮肟进料管道，所述高剪切反应器的出料口通过第一循环液循环管道连接至所述物料循环泵的入料口，所述物料循环泵的出料口分别通过第一出料管道连接至所述搅拌熟化器、通过第二循环液循环管道连接至所述在线混合器的进料口，所述在线混合器的进料口还连接有硫酸进料管道，所述在线混合器的出料口通过第三循环液循环管道连接至所述高剪切反应器的进料口。本实用新型通过高剪切实现环己酮肟与含发烟硫酸的循环液快速均匀混合，环己酮肟重排反应转化率为100％、目标产物选择性高于99％。



CN 220634357 U

1.一种用于环己酮肟贝克曼重排反应的设备,其特征在于,包括物料循环泵、在线混合器、高剪切反应器和搅拌熟化器,沿物料流动方向,所述高剪切反应器的进料口连接有环己酮肟进料管道,所述高剪切反应器的出料口通过第一循环液循环管道连接至所述物料循环泵的入料口,所述物料循环泵的出料口分别通过第一出料管道连接至所述搅拌熟化器、通过第二循环液循环管道连接至所述在线混合器的进料口,所述在线混合器的进料口还连接有硫酸进料管道,所述在线混合器的出料口通过第三循环液循环管道连接至所述高剪切反应器的进料口,所述搅拌熟化器的出料口连接有第二出料管道。

2.如权利要求1所述的用于环己酮肟贝克曼重排反应的设备,其特征在于,还包括溶剂冷凝器,所述高剪切反应器的溶剂蒸汽出口通过管道连接至溶剂冷凝器。

3.如权利要求1所述的用于环己酮肟贝克曼重排反应的设备,其特征在于,所述高剪切反应器的剪切头安装于所述高剪切反应器的底部。

4.如权利要求3所述的用于环己酮肟贝克曼重排反应的设备,其特征在于,所述的高剪切反应器的剪切头转速为500～5000rpm。

5.如权利要求4所述的用于环己酮肟贝克曼重排反应的设备,其特征在于,所述的高剪切反应器的剪切头转速为1000～3000rpm。

6.如权利要求1所述的用于环己酮肟贝克曼重排反应的设备,其特征在于,所述的搅拌熟化器为单层或多层轴流式搅拌器。

7.如权利要求1-6任意一项所述的用于环己酮肟贝克曼重排反应的设备,其特征在于,所述搅拌熟化器的搅拌转速为30～200rpm。

8.如权利要求7所述的用于环己酮肟贝克曼重排反应的设备,其特征在于,所述搅拌熟化器的搅拌转速为50～120rpm。

一种用于环己酮肟贝克曼重排反应的设备

技术领域

[0001] 本实用新型涉及己内酰胺生产技术领域,特别是涉及一种用于环己酮肟贝克曼重排反应的设备。

背景技术

[0002] 己内酰胺作为重要的有机化工原料,可通过聚合进一步生成聚酰胺切片,用于锦纶纤维、工程塑料、塑料薄膜的加工。贝克曼重排是生产己内酰胺的关键工序,环己酮肟在20%发烟硫酸存在下发生贝克曼分子重排,形成己内酰胺硫酸液,并放出大量热。目前,全球90%以上的己内酰胺都是由环己酮肟重排反应得到。环己酮肟贝克曼重排过程为毫秒级快速反应,属于传质控制。在生产过程中为了提升原料的混合效果,将环己酮肟进料口设置在循环泵入口处,希望通过循环泵叶轮剪切增强混合。但实际运行效果较差,环己酮肟残留量以及副反应产物含量均大幅上升,反应收率下降。

[0003] 为了保证反应原料的混合均匀性,工业上在外循环管路上设计了一种射流混合器,混合器为文丘里式喉管结构,侧面开有多个微孔,含发烟硫酸的循环液以主体速度高速通过混合器喉管,环己酮肟以相对较小的流量从微孔喷入流动主体以增强混合。为了保证混合效果,需要增大射流喷嘴循环液流量并减小微孔孔径。这不仅增加了设备加工维护的难度,还拉高了运行能耗。专利CN214915921公开了一种环己酮肟重排反应系统,将静态混合器用于环己酮肟与含有发烟硫酸的循环液进行预混,预混后的混合液进入立式反应器进行重排反应,生成己内酰胺硫酸溶液。然而,静态混合器能达到的物料混合程度有限,无法实现环己酮肟与循环液的快速均匀混合,易造成局部浓度过高。专利CN102229553公开了一种多段重排制备己内酰胺的系统及方法,采用微混合器实现原料的混合、反应及移热。该系统存在工业化难度大、投资维护成本高的问题。

[0004] 从现有公开文献分析可知,环己酮肟贝克曼重排过程仍缺少一种可以实现反应原料快速均匀混合的工业化装置。

实用新型内容

[0005] 本实用新型的目的是针对现有技术中存在的环己酮肟贝克曼重排过程仍缺少一种可以实现反应原料快速均匀混合的工业化装置,而提供一种用于环己酮肟贝克曼重排反应的设备。

[0006] 为实现本实用新型的目的所采用的技术方案是:

[0007] 一种用于环己酮肟贝克曼重排反应的设备,包括物料循环泵、在线混合器、高剪切反应器和搅拌熟化器,沿物料流动方向,所述高剪切反应器的进料口连接有环己酮肟进料管道,所述高剪切反应器的出料口通过第一循环液循环管道连接至所述物料循环泵的入料口,所述物料循环泵的出料口分别通过第一出料管道连接至所述搅拌熟化器、通过第二循环液循环管道连接至所述在线混合器的进料口,所述在线混合器的进料口还连接有硫酸进料管道,所述在线混合器的出料口通过第三循环液循环管道连接至所述高剪切反应器的进

料口,所述搅拌熟化器的出料口连接有第二出料管道。

[0008] 在上述技术方案中,所述设备还包括溶剂冷凝器,所述高剪切反应器的溶剂蒸汽出口通过管道连接至溶剂冷凝器。

[0009] 在上述技术方案中,所述高剪切反应器的剪切头安装于所述高剪切反应器的底部。

[0010] 在上述技术方案中,所述的高剪切反应器的剪切头转速为500～5000rpm。

[0011] 在上述技术方案中,所述的高剪切反应器的剪切头转速为1000～3000rpm。

[0012] 在上述技术方案中,所述的搅拌熟化器为单层或多层轴流式搅拌器。

[0013] 在上述技术方案中,所述搅拌熟化器的搅拌转速为30～200rpm。

[0014] 在上述技术方案中,所述搅拌熟化器的搅拌转速为50～120rpm。

[0015] 与现有技术相比,本实用新型的有益效果是:

[0016] 本实用新型提供的用于环己酮肟贝克曼重排反应的设备通过高剪切实现环己酮肟与含发烟硫酸的循环液快速均匀混合,一方面破除传质阻力对环己酮肟重排过程的阻碍,提高反应效率;另一方面,可避免出现环己酮肟局部高浓区,消除局部热点、抑制副反应的出现。推流式搅拌熟化器在延长物料停留时间的同时,可以维持反应液的均匀混合状态,避免熟化阶段出现副反应,进一步的,环己酮肟重排反应转化率为100%、目标产物选择性高于99%。

附图说明

[0017] 图1所示为本实用新型的用于环己酮肟贝克曼重排反应的设备的工艺示意图。

[0018] 图中:1-高剪切反应器,2-在线混合器,3-物料循环泵,4-搅拌熟化器,5-溶剂冷凝器,6-环己酮肟进料管道,7-第一循环液循环管道,8-第二循环液循环管道,9-第一出料管道,10-第三循环液循环管道,11-第二出料管道,12-硫酸进料管道。

具体实施方式

[0019] 以下结合具体实施例对本实用新型作进一步详细说明。应当理解,此处所描述的具体实施例仅仅用以解释本实用新型,并不用于限定本实用新型。

[0020] 实施例1

[0021] 一种用于环己酮肟贝克曼重排反应的设备,如图1所示,包括物料循环泵3、在线混合器2、高剪切反应器1、溶剂冷凝器5和搅拌熟化器4,沿物料流动方向,所述高剪切反应器1的进料口连接有环己酮肟进料管道6,所述高剪切反应器1的出料口通过第一循环液循环管道7连接至所述物料循环泵3的入料口,所述物料循环泵3的出料口分别通过第一出料管道9连接至所述搅拌熟化器4、通过第二循环液循环管道8连接至所述在线混合器2的进料口,所述在线混合器2的进料口还连接有硫酸进料管道12,所述在线混合器2的出料口通过第三循环液循环管道10连接至所述高剪切反应器1的进料口,所述搅拌熟化器4的出料口连接有第二出料管道11,所述高剪切反应器1的溶剂蒸汽出口通过管道连接至溶剂冷凝器5。

[0022] 进一步的,所述高剪切反应器1的剪切头安装于所述高剪切反应器1的底部,所述的高剪切反应器1剪切头转速为500～5000rpm,优选为1000～3000rpm。所述的搅拌熟化器4为单层或多层轴流式搅拌器。所述搅拌熟化器4的搅拌转速为30～200rpm,优选为50～

120rpm。

[0023] 实施例2

[0024] 在实施例1的基础上,本实施例提供一种基于实施例1所述的设备进行环己酮肟贝克曼重排反应的方法,包括以下步骤:

[0025] 步骤1,原料发烟硫酸与循环液经过在线混合器2预混后进入高剪切反应器1,环己酮肟溶液直接送入高剪切反应器1剪切头处,所述发烟硫酸与环己酮肟的进料摩尔比为0.7~1.6,所述循环物料与环己酮肟溶液的进料体积之比为3~30,通过高剪切实现环己酮肟与含发烟硫酸的循环液快速均匀混合,并在混合的同时完成反应,反应产生的反应热通过溶剂的汽化移除,其中,反应的时间为0.1~0.8小时、反应的温度为80~100℃,反应的压力为0.05~1.0MPa;

[0026] 步骤2,高剪切反应器1液相出料由物料循环泵3抽出并分两股送出,一股经在线混合器2作为循环物料返回高剪切反应器1,另一股进入搅拌熟化器4熟化得到熟化后反应液,熟化后反应液作出料,其中,熟化的时间为0.5~2.5小时、熟化的温度为100~120℃、熟化的压力为0.05~1.0MPa。

[0027] 所述溶剂为C4~C8烷烃、C4-C8环烷烃或C6-C10的芳烃中的至少一种。

[0028] 实施例3

[0029] 在实施例1-2的基础上,选择环己烷作为环己酮肟溶剂,将20%发烟硫酸通过第二循环液循环管道8泵入在线混合器2,预混后进入高剪切反应器1。环己酮肟溶液(30wt%)直接泵入高剪切反应器1剪切头处。发烟硫酸与环己酮肟进料摩尔比为1.5:1。高剪切反应器1内,剪切头在2500rpm的搅拌速率下,环己酮肟与含发烟硫酸的循环液瞬间达到均匀混合的状态并进行反应。环己酮肟重排过程以及发烟硫酸稀释过程产生的热量均通过环己烷溶剂汽化过程移除。形成的环己烷蒸汽由高剪切反应器1上部排出,并进入溶剂冷凝器5冷凝回收。高剪切反应器1内反应温度为90℃、压力为0.12MPa、反应时间为15min。

[0030] 高剪切反应器1底部出料接物料循环泵3,循环泵出口分两路,一股循环回高剪切反应器1,另一股进入搅拌熟化器4,搅拌转速为80rpm维持反应液均匀混合。循环液与进料体积之比为6:1。熟化器内熟化温度为110℃、压力为0.12MPa、熟化时间为80min。得到的重排反应液经分析计算可知,环己酮肟重排过程转化率为100%、目标产物选择性为99.9%。

[0031] 实施例4

[0032] 在实施例1-2的基础上,选择环己烷作为环己酮肟溶剂,将20%发烟硫酸通过第二循环液循环管道8泵入在线混合器2,预混后进入釜式高剪切反应器1。环己酮肟溶液(30wt%)直接泵入高剪切反应器1剪切头处。发烟硫酸与环己酮肟进料摩尔比为1.2:1。高剪切反应器1内,剪切头在1800rpm的搅拌速率下,环己酮肟与含发烟硫酸的循环液瞬间达到均匀混合的状态并进行反应。环己酮肟重排过程以及发烟硫酸稀释过程产生的热量均通过环己烷溶剂汽化过程移除。形成的环己烷蒸汽由高剪切反应器1上部排出,并进入溶剂冷凝器5冷凝回收。高剪切反应器1内反应温度为95℃、压力为0.15MPa、反应时间为25min。

[0033] 高剪切反应器1底部出料接物料循环泵3,循环泵出口分两路,一股循环回高剪切反应器1,另一股进入搅拌熟化器4,搅拌转速为60rpm维持反应液均匀混合。循环液与进料体积之比为15:1。熟化器内熟化温度为105℃、压力为0.15MPa、熟化时间为60min。得到的重排反应液经分析计算可知,环己酮肟重排过程转化率为100%、目标产物选择性为99.4%。

[0034] 为了易于说明,实施例中使用了诸如“上”、“下”、“左”、“右”等空间相对术语,用于说明图中示出的一个元件或特征相对于另一个元件或特征的关系。应该理解的是,除了图中示出的方位之外,空间术语意在于包括装置在使用或操作中的不同方位。例如,如果图中的装置被倒置,被叙述为位于其他元件或特征“下”的元件将定位在其他元件或特征“上”。因此,示例性术语“下”可以包含上和下方位两者。装置可以以其他方式定位(旋转90度或位于其他方位),这里所用的空间相对说明可相应地解释。

[0035] 而且,诸如“第一”和“第二”等之类的关系术语仅仅用来将一个与另一个具有相同名称的部件区分开来,而不一定要求或者暗示这些部件之间存在任何这种实际的关系或者顺序。

[0036] 以上所述仅是本实用新型的优选实施方式,应当指出的是,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本实用新型原理的前提下,还可以做出若干改进和润饰,这些改进和润饰也应视为本实用新型的保护范围。

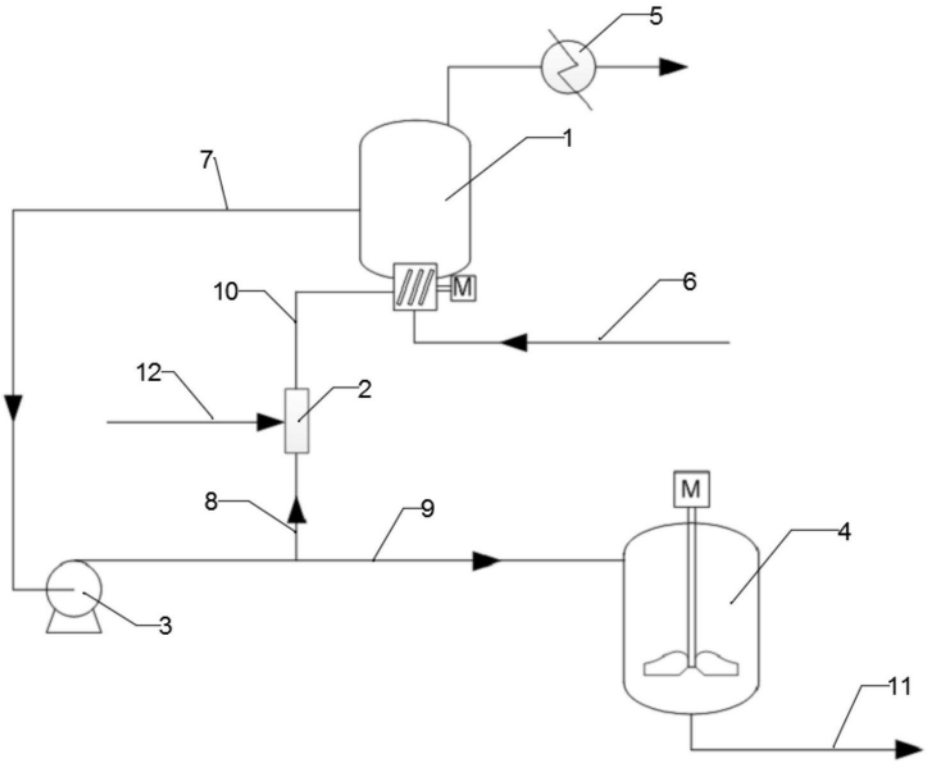


图1