



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 104628605 B

(45) 授权公告日 2016. 05. 25

(21) 申请号 201510082991. 7

(22) 申请日 2015. 02. 16

(73) 专利权人 曲靖众一合成化工有限公司

地址 655003 云南省曲靖市麒麟区越州镇向桂大村

(72) 发明人 罗国林 冯辉

(74) 专利代理机构 昆明知道专利事务所(特殊普通合伙企业) 53116

代理人 姜开侠 姜开远

(51) Int. Cl.

C07C 303/06(2006. 01)

C07C 309/35(2006. 01)

审查员 陆悠玲

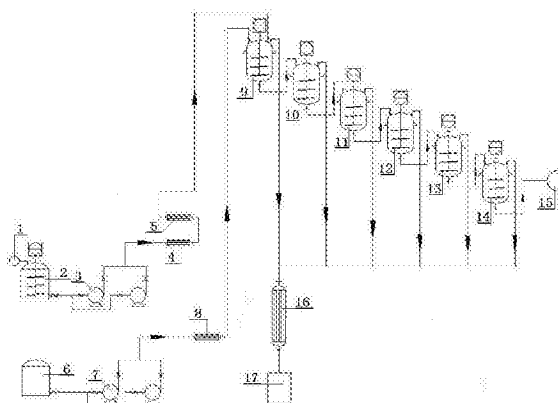
权利要求书2页 说明书7页 附图1页

(54) 发明名称

一种萘连续催化磺化方法及其装置

(57) 摘要

本发明公开了一种萘连续催化磺化方法及其装置,通过在参加磺化反应的98%硫酸中添加催化剂,降低了硫酸的氧化性,阻止了 α -萘磺酸的生成,与传统磺化生产方法相比, β -萘磺酸的总反应收率提高了8%~15%,产品质量大幅提高;添加的催化剂有助于后续的生产过程,对粘稠的磺化物料有稀释作用,改善了反应介质的流动性,在后续的水解吹萘过程中有利于 β -萘磺酸晶粒的生成,促使吹萘快速进行。本发明有效的减少了原料硫酸和精萘的用量,磺化反应产物中游离酸的含量下降,从而有效减少了后续中和反应中碱的用量及副产物硫酸钠的产生量,同时生产废水得到了有效的循环利用,具有很好的经济效益和环境效益,降低企业成本投入,实现节能减排、绿色环保的生产要求。



1. 一种萘连续催化磺化方法,其特征在于包括原料混合和磺化反应,具体步骤为:

A、原料混合:含有催化剂的98%硫酸经两级加热后送入一级原料混合釜(9),熔融精萘经一级加热后送入一级原料混合釜(9),所述送入一级原料混合釜(9)中的98%硫酸和精萘的质量比为1:1.308,含有催化剂的98%硫酸和熔融精萘在一级原料混合釜(9)中初步混合后送入二级原料混合釜(10)充分混合;所述催化剂由磺化煤油、NMP、三辛胺、无水硫酸钠和十氢化萘按如下重量比配制,即磺化煤油:NMP:三辛胺:无水硫酸钠:十氢化萘为30~50:2~5:6~10:5~8:20~30;

B、磺化反应:二级原料混合釜(10)中混合均匀后的物料送入一级磺化反应釜(11),上述物料在一级磺化反应釜(11)中反应60~80min后,将一级磺化反应釜(11)中的物料送入二级磺化反应釜(12);

上述物料在二级磺化反应釜(12)中反应60~80min后,将二级磺化反应釜(12)中的物料送入三级磺化反应釜(13);

上述物料在三级磺化反应釜(13)中反应60~80min后,将三级磺化反应釜(13)中的物料送入四级磺化反应釜(14);

所述一级原料混合釜(9)、二级原料混合釜(10)、一级磺化反应釜(11)、二级磺化反应釜(12)、三级磺化反应釜(13)和四级磺化反应釜(14)中的生成水均送入蒸汽冷凝器(16)。

2. 根据权利要求1所述的萘连续催化磺化方法,其特征在于步骤A中所述催化剂的配制方法为:将磺化煤油、NMP、三辛胺、无水硫酸钠和十氢化萘加入到带搅拌功能的配制釜中,保持配制釜中的温度为30℃~60℃,搅拌60min~90min。

3. 根据权利要求1或2所述的萘连续催化磺化方法,其特征在于步骤A中所述催化剂为98%硫酸总量的3%~8%。

4. 根据权利要求1所述的萘连续催化磺化方法,其特征在于步骤A中所述一级原料混合釜(9)和二级原料混合釜(10)中的温度为160℃~163℃。

5. 根据权利要求1所述的萘连续催化磺化方法,其特征在于步骤B中所述一级磺化反应釜(11)、二级磺化反应釜(12)、三级磺化反应釜(13)和四级磺化反应釜(14)中的反应温度为160℃~165℃。

6. 根据权利要求1所述的萘连续催化磺化方法,其特征在于步骤A中所述含有催化剂的98%硫酸一级加热至45℃后送入二级加热,二级加热至100~120℃后送入一级原料混合釜(9)。

7. 根据权利要求1所述的萘连续催化磺化方法,其特征在于步骤A中所述熔融精萘一级加热至120℃后送入一级原料混合釜(9)。

8. 根据权利要求1所述的萘连续催化磺化方法,其特征在于适用于萘连续催化磺化方法的装置,包括催化剂储槽(1)、硫酸储槽(2)、硫酸输送泵(3)、加热器、精萘储槽(6)、精萘输送泵(7)、原料混合釜、磺化反应釜、蒸汽冷凝器(16)和冷凝水槽(17),所述原料混合釜包括一级原料混合釜(9)和二级原料混合釜(10),所述磺化反应釜包括一级磺化反应釜(11)、二级磺化反应釜(12)、三级磺化反应釜(13)和四级磺化反应釜(14),其特征在于所述催化剂储槽(1)与硫酸储槽(2)连接,所述硫酸储槽(2)与硫酸输送泵(3)连接,所述硫酸输送泵(3)顺序连接一级硫酸加热器(4)、二级硫酸加热器(5)后与一级原料混合釜(9)连接;所述精萘储槽(6)与精萘输送泵(7)连接,所述精萘输送泵(7)连接精萘加热器(8)后与一级原料

混合釜(9)连接;所述一级原料混合釜(9)的出料口与二级原料混合釜(10)的进料口连接,所述二级原料混合釜(10)的出料口与一级磺化反应釜(11)的进料口连接,所述一级磺化反应釜(11)的出料口与二级磺化反应釜(12)的进料口连接,所述二级磺化反应釜(12)的出料口与三级磺化反应釜(13)的进料口连接,所述三级磺化反应釜(13)的出料口与四级磺化反应釜(14)的进料口连接,所述四级磺化反应釜(14)的出料口与水解反应釜(15)的进料口连接;所述一级原料混合釜(9)、二级原料混合釜(10)、一级磺化反应釜(11)、二级磺化反应釜(12)、三级磺化反应釜(13)和四级磺化反应釜(14)的顶部出气口与蒸汽冷凝器(16)的进气口连接,所述蒸汽冷凝器(16)与冷凝水槽(17)连接。

9. 根据权利要求1所述的萘连续催化磺化方法,其特征在于所述一级磺化反应釜(11)、二级磺化反应釜(12)、三级磺化反应釜(13)和四级磺化反应釜(14)均带搅拌功能。

一种萘连续催化磺化方法及其装置

技术领域

[0001] 本发明属于萘磺酸生产技术领域,具体涉及一种萘连续催化磺化方法及其装置。

背景技术

[0002] β -萘磺酸是用作生产染料、农药和药物的重要中间体,是以萘为原料经磺化反应制得。目前,国内外工业生产中大都采用过量的浓硫酸直接与熔融萘进行磺化反应,由于磺化反应时的硫酸消耗量较大,导致生产成本投入较高;目标产物 β -萘磺酸的收率较低,一般为64%~66%(外标法),78%~82%(HPLC);副产物的含量高,且难以有效的从磺化反应混合物中分离出来,给后续工段带来无法克服的困难;例如在后续中和工段消耗的亚硫酸钠较大,会产生大量的高盐有机废水,以及大量的二氧化硫气体,导致设备管道的腐蚀严重,环境污染较大。

[0003] 由于上述磺化反应工艺的限制,导致企业的生产成本较高,且难以实现节能减排、绿色环保的生产目标。

发明内容

[0004] 本发明的第一目的在于提供一种萘连续催化磺化方法,第二目的在于提供一种实现上述方法的装置。

[0005] 本发明的第一目的是这样实现的,包括原料混合和磺化反应,具体步骤为:

[0006] A、原料混合:含有催化剂的98%硫酸经两级加热后送入一级原料混合釜,熔融精萘经一级加热后送入一级原料混合釜,所述送入一级原料混合釜中的98%硫酸和精萘的质量比为1:1.308,含有催化剂的98%硫酸和熔融精萘在一级原料混合釜中初步混合后送入二级原料混合釜充分混合;

[0007] B、磺化反应:二级原料混合釜中混合均匀后的物料送入一级磺化反应釜,上述物料在一级磺化反应釜中反应60~80min后,将一级磺化反应釜中的物料送入二级磺化反应釜;

[0008] 上述物料在二级磺化反应釜中反应60~80min后,将二级磺化反应釜中的物料送入三级磺化反应釜;

[0009] 上述物料在三级磺化反应釜中反应60~80min后,将三级磺化反应釜中的物料送入四级磺化反应釜;

[0010] 所述一级原料混合釜、二级原料混合釜、一级磺化反应釜、二级磺化反应釜、三级磺化反应釜和四级磺化反应釜中的生成水经减压汽化后均送入蒸汽冷凝器。

[0011] 所述步骤A中98%硫酸中添加的催化剂由磺化煤油、NMP、三辛胺、无水硫酸钠和十氢化萘按如下重量比配制,即磺化煤油:NMP:三辛胺:无水硫酸钠:十氢化萘为30~50:2~5:6~10:5~8:20~30。

[0012] 所述步骤A中98%硫酸中添加的催化剂的配制方法为:将磺化煤油、NMP、三辛胺、无水硫酸钠和十氢化萘加入到带搅拌功能的配制釜中,保持配制釜中的温度为30℃~60℃,搅

拌60min~90min。

[0013] 本发明的第二目的是这样实现的,包括催化剂储槽、硫酸储槽、硫酸输送泵、加热器、精萘储槽、精萘输送泵、原料混合釜、磺化反应釜、蒸汽冷凝器和冷凝水槽,所述原料混合釜包括一级原料混合釜和二级原料混合釜,所述磺化反应釜包括一级磺化反应釜、二级磺化反应釜、三级磺化反应釜和四级磺化反应釜,所述催化剂储槽与硫酸储槽连接,所述硫酸储槽与硫酸输送泵连接,所述硫酸输送泵顺序连接一级硫酸加热器、二级硫酸加热器后与一级原料混合釜连接;所述精萘储槽与精萘输送泵连接,所述精萘输送泵连接精萘加热器后与一级原料混合釜连接;所述一级原料混合釜的出料口与二级原料混合釜的进料口连接,所述二级原料混合釜的出料口与一级磺化反应釜的进料口连接,所述一级磺化反应釜的出料口与二级磺化反应釜的进料口连接,所述二级磺化反应釜的出料口与三级磺化反应釜的进料口连接,所述三级磺化反应釜的出料口与四级磺化反应釜的进料口连接,所述四级磺化反应釜的出料口与水解反应釜的进料口连接;所述一级原料混合釜、二级原料混合釜、一级磺化反应釜、二级磺化反应釜、三级磺化反应釜和四级磺化反应釜的顶部出气口与蒸汽冷凝器的进气口连接,所述蒸汽冷凝器与冷凝水槽连接。

[0014] 本发明通过在参加磺化反应的98%硫酸中添加催化剂,降低了硫酸的氧化性,阻止了 α -萘磺酸的生成, β -萘磺酸的总反应收率为73%~80%(外标法),90%~93%(HPLC),与传统的磺化生产方法相比,总反应收率提高了8%~15%,产品质量大幅提高;添加的催化剂有助于后续的生产过程,对粘稠的磺化物料有稀释作用,改善了反应介质的流动性,在后续的水解吹萘过程中有利于 β -萘磺酸晶粒的生成,促使吹萘快速进行。本发明有效的减少了原料硫酸的用量,与传统工艺相比,硫酸用量减少10%左右,磺化反应产物中游离酸的含量下降,从而有效减少了后续中和反应中碱的用量及副产物硫酸钠的产生量,有效的减少了废水处理负荷。同时本发明提供的生产工艺中,生产废水得到了有效的循环利用,具有很好的经济效益和环境效益,降低企业成本投入,实现节能减排、绿色环保的生产要求。

附图说明

[0015] 图1是本发明装置结构示意图;

[0016] 图中:1-催化剂储槽、2-硫酸储槽、3-硫酸输送泵、4-一级硫酸加热器、5-二级硫酸加热器、6-精萘储槽、7-精萘输送泵、8-精萘加热器、9-一级原料混合釜、10-二级原料混合釜、11-一级磺化反应釜、12-二级磺化反应釜、13-三级磺化反应釜、14-四级磺化反应釜、15-水解反应釜、16-蒸汽冷凝器、17-冷凝水槽。

具体实施方式

[0017] 下面结合附图和实施例对本发明作进一步的说明,但不以任何方式对本发明加以限制,基于本发明教导所作的任何变更或改进,均属于本发明的保护范围。

[0018] 如图1所示,本发明提供的萘连续催化磺化方法包括原料混合和磺化反应,具体步骤为:

[0019] A、原料混合:含有催化剂的98%硫酸经两级加热后送入一级原料混合釜9,熔融精萘经一级加热后送入一级原料混合釜9,所述送入一级原料混合釜9中的98%硫酸和精萘的质量比为1:1.308,含有催化剂的98%硫酸和熔融精萘在一级原料混合釜9中初步混合后送

入二级原料混合釜10充分混合；

[0020] B、磺化反应：二级原料混合釜10中混合均匀后的物料送入一级磺化反应釜11，上述物料在一级磺化反应釜11中反应60~80min后，将一级磺化反应釜11中的物料送入二级磺化反应釜12；

[0021] 上述物料在二级磺化反应釜12中反应60~80min后，将二级磺化反应釜12中的物料送入三级磺化反应釜13；

[0022] 上述物料在三级磺化反应釜13中反应60~80min后，将三级磺化反应釜13中的物料送入四级磺化反应釜14；

[0023] 所述一级原料混合釜9、二级原料混合釜10、一级磺化反应釜11、二级磺化反应釜12、三级磺化反应釜13和四级磺化反应釜14中的生成水经减压汽化后均送入蒸汽冷凝器。

[0024] 所述步骤A中98%硫酸中添加的催化剂由磺化煤油、NMP、三辛胺、无水硫酸钠和十氢化萘按如下重量比配制，即磺化煤油：NMP：三辛胺：无水硫酸钠：十氢化萘=30~50：2~5：6~10：5~8：20~30。

[0025] 所述步骤A中98%硫酸中添加的催化剂的配制方法为：将磺化煤油、NMP、三辛胺、无水硫酸钠和十氢化萘加入到带搅拌功能的配制釜中，保持配制釜中的温度为30℃~60℃，搅拌60min~90min。

[0026] 所述步骤A中98%硫酸中加入的催化剂为硫酸总量的3%~8%。

[0027] 所述步骤A中一级原料混合釜9和二级原料混合釜10中的温度为160℃~163℃。

[0028] 所述步骤B中一级磺化反应釜11、二级磺化反应釜12、三级磺化反应釜13和四级磺化反应釜14中的反应温度为160℃~165℃。

[0029] 所述步骤A中含有催化剂的98%硫酸一级加热至45℃后送入二级加热，二级加热至100~120℃后送入一级原料混合釜9。

[0030] 所述步骤A中的熔融精萘一级加热至120℃后送入一级原料混合釜9。

[0031] 本发明提供的适用于萘连续催化磺化方法的装置，包括催化剂储槽1、硫酸储槽2、硫酸输送泵3、加热器、精萘储槽6、精萘输送泵7、原料混合釜、磺化反应釜、蒸汽冷凝器16和冷凝水槽17，所述原料混合釜包括一级原料混合釜9和二级原料混合釜10，所述磺化反应釜包括一级磺化反应釜11、二级磺化反应釜12、三级磺化反应釜13和四级磺化反应釜14，所述催化剂储槽1与硫酸储槽2连接，所述硫酸储槽2与硫酸输送泵3连接，所述硫酸输送泵3顺序连接一级硫酸加热器4、二级硫酸加热器5后与一级原料混合釜9连接；所述精萘储槽6与精萘输送泵7连接，所述精萘输送泵7连接精萘加热器8后与一级原料混合釜9连接；所述一级原料混合釜9的出料口与二级原料混合釜10的进料口连接，所述二级原料混合釜10的出料口与一级磺化反应釜11的进料口连接，所述一级磺化反应釜11的出料口与二级磺化反应釜12的进料口连接，所述二级磺化反应釜12的出料口与三级磺化反应釜(13)的进料口连接，所述三级磺化反应釜13的出料口与四级磺化反应釜14的进料口连接，所述四级磺化反应釜14的出料口与水解反应釜15的进料口连接；所述一级原料混合釜9、二级原料混合釜10、一级磺化反应釜11、二级磺化反应釜12、三级磺化反应釜13和四级磺化反应釜14的顶部出气口与蒸汽冷凝器16的进气口连接，所述蒸汽冷凝器16与冷凝水槽17连接。

[0032] 所述一级磺化反应釜11、二级磺化反应釜12、三级磺化反应釜13和四级磺化反应釜14均带搅拌功能。

[0033] 实施例1

[0034] 98%硫酸中添加的催化剂按如下重量比配制,即将磺化煤油:NMP:三辛胺:无水硫酸钠:十氢化萘按30:2:6:5:20的重量比加入到带搅拌功能的配制釜中,保持配制釜中的温度为30℃,搅拌90min,获得催化剂;在98%硫酸中加入为硫酸总量2%的催化剂,然后将含有催化剂的98%硫酸经一级加热至45℃后送入二级加热,二级加热至100℃后送入一级原料混合釜9;熔融精萘经一级加热至120℃后送入一级原料混合釜9,所述送入一级原料混合釜9中的98%硫酸和精萘的质量比为1:1.308,含有催化剂的98%硫酸和熔融精萘在一级原料混合釜9中初步混合后送入二级原料混合釜10充分混合,所述一级原料混合釜9和二级原料混合釜10中的混合温度为160℃;二级原料混合釜10中混合均匀后的物料送入一级磺化反应釜11,上述物料在一级磺化反应釜11中反应60min后,将一级磺化反应釜11中的物料送入二级磺化反应釜12;上述物料在二级磺化反应釜12中反应60min后,将二级磺化反应釜12中的物料送入三级磺化反应釜13;上述物料在三级磺化反应釜13中反应60min后,将三级磺化反应釜13中的物料送入四级磺化反应釜14,上述物料在四级磺化反应釜14中反应30min完成磺化反应;上述各级磺化反应釜中的磺化反应温度均为160℃,磺化反应结束后,所得产物中β-萘磺酸的总反应收率为68%(外标法),87.5%(HPLC)。

[0035] 实施例2

[0036] 98%硫酸中添加的催化剂按如下重量比配制,即将磺化煤油:NMP:三辛胺:无水硫酸钠:十氢化萘按30:2:6:5:20的重量比加入到带搅拌功能的配制釜中,保持配制釜中的温度为30℃,搅拌90min,获得催化剂;在98%硫酸中加入为硫酸总量2%的催化剂,然后将含有催化剂的98%硫酸经一级加热至45℃后送入二级加热,二级加热至120℃后送入一级原料混合釜9;熔融精萘经一级加热至120℃后送入一级原料混合釜9,所述送入一级原料混合釜9中的98%硫酸和精萘的质量比为1:1.308,含有催化剂的98%硫酸和熔融精萘在一级原料混合釜9中初步混合后送入二级原料混合釜10充分混合,所述一级原料混合釜9和二级原料混合釜10中的混合温度为163℃;二级原料混合釜10中混合均匀后的物料送入一级磺化反应釜11,上述物料在一级磺化反应釜11中反应60min后,将一级磺化反应釜11中的物料送入二级磺化反应釜12;上述物料在二级磺化反应釜12中反应60min后,将二级磺化反应釜12中的物料送入三级磺化反应釜13;上述物料在三级磺化反应釜13中反应60min后,将三级磺化反应釜13中的物料送入四级磺化反应釜14,上述物料在四级磺化反应釜14中反应30min完成磺化反应;上述各级磺化反应釜中的磺化反应温度均为165℃,磺化反应结束后,所得产物中β-萘磺酸的总反应收率为73%(外标法),90%(HPLC)。

[0037] 实施例3

[0038] 98%硫酸中添加的催化剂按如下重量比配制,即将磺化煤油:NMP:三辛胺:无水硫酸钠:十氢化萘按30:2:6:5:20的重量比加入到带搅拌功能的配制釜中,保持配制釜中的温度为60℃,搅拌60min,获得催化剂;在98%硫酸中加入为硫酸总量8%的催化剂,然后将含有催化剂的98%硫酸经一级加热至45℃后送入二级加热,二级加热至100℃后送入一级原料混合釜9;熔融精萘经一级加热至120℃后送入一级原料混合釜9,所述送入一级原料混合釜9中的98%硫酸和精萘的质量比为1:1.308,含有催化剂的98%硫酸和熔融精萘在一级原料混合釜9中初步混合后送入二级原料混合釜10充分混合,所述一级原料混合釜9和二级原料混合釜10中的混合温度为160℃;二级原料混合釜10中混合均匀后的物料送入一级磺化反应

釜11,上述物料在一级磺化反应釜11中反应60min后,将一级磺化反应釜11中的物料送入二级磺化反应釜12;上述物料在二级磺化反应釜12中反应60min后,将二级磺化反应釜12中的物料送入三级磺化反应釜13;上述物料在三级磺化反应釜13中反应60min后,将三级磺化反应釜13中的物料送入四级磺化反应釜14,上述物料在四级磺化反应釜14中反应30min完成磺化反应;上述各级磺化反应釜中的磺化反应温度均为160℃,磺化反应结束后,所得产物中β-萘磺酸的总反应收率为79.3%(外标法),95.1%(HPLC)。

[0039] 实施例4

[0040] 98%硫酸中添加的催化剂按如下重量比配制,即将磺化煤油:NMP:三辛胺:无水硫酸钠:十氢化萘按30:2:6:5:20的重量比加入到带搅拌功能的配制釜中,保持配制釜中的温度为60℃,搅拌60min,获得催化剂;在98%硫酸中加入为硫酸总量8%的催化剂,然后将含有催化剂的98%硫酸经一级加热至45℃后送入二级加热,二级加热至120℃后送入一级原料混合釜9;熔融精萘经一级加热至120℃后送入一级原料混合釜9,所述送入一级原料混合釜9中的98%硫酸和精萘的质量比为1:1.308,含有催化剂的98%硫酸和熔融精萘在一级原料混合釜9中初步混合后送入二级原料混合釜10充分混合,所述一级原料混合釜9和二级原料混合釜10中的混合温度为163℃;二级原料混合釜10中混合均匀后的物料送入一级磺化反应釜11,上述物料在一级磺化反应釜11中反应60min后,将一级磺化反应釜11中的物料送入二级磺化反应釜12;上述物料在二级磺化反应釜12中反应60min后,将二级磺化反应釜12中的物料送入三级磺化反应釜13;上述物料在三级磺化反应釜13中反应60min后,将三级磺化反应釜13中的物料送入四级磺化反应釜14,上述物料在四级磺化反应釜14中反应30min完成磺化反应;上述各级磺化反应釜中的磺化反应温度均为165℃,磺化反应结束后,所得产物中β-萘磺酸的总反应收率为78%(外标法),94.5%(HPLC)。

[0041] 实施例5

[0042] 98%硫酸中添加的催化剂按如下重量比配制,即将磺化煤油:NMP:三辛胺:无水硫酸钠:十氢化萘按30:2:6:5:20的重量比加入到带搅拌功能的配制釜中,保持配制釜中的温度为45℃,搅拌75min,获得催化剂;在98%硫酸中加入为硫酸总量5%的催化剂,然后将含有催化剂的98%硫酸经一级加热至45℃后送入二级加热,二级加热至100℃后送入一级原料混合釜9;熔融精萘经一级加热至120℃后送入一级原料混合釜9,所述送入一级原料混合釜9中的98%硫酸和精萘的质量比为1:1.308,含有催化剂的98%硫酸和熔融精萘在一级原料混合釜9中初步混合后送入二级原料混合釜10充分混合,所述一级原料混合釜9和二级原料混合釜10中的混合温度为160℃;二级原料混合釜10中混合均匀后的物料送入一级磺化反应釜11,上述物料在一级磺化反应釜11中反应60min后,将一级磺化反应釜11中的物料送入二级磺化反应釜12;上述物料在二级磺化反应釜12中反应60min后,将二级磺化反应釜12中的物料送入三级磺化反应釜13;上述物料在三级磺化反应釜13中反应60min后,将三级磺化反应釜13中的物料送入四级磺化反应釜14,上述物料在四级磺化反应釜14中反应60min完成磺化反应;上述各级磺化反应釜中的磺化反应温度均为162℃,磺化反应结束后,所得产物中β-萘磺酸的总反应收率为81.2%(外标法),97.5%(HPLC)。

[0043] 实施例6

[0044] 98%硫酸中添加的催化剂按如下重量比配制,即将磺化煤油:NMP:三辛胺:无水硫酸钠:十氢化萘按50:5:10:8:30的重量比加入到带搅拌功能的配制釜中,保持配制釜中的

温度为30℃,搅拌90min,获得催化剂;在98%硫酸中加入为硫酸总量2%的催化剂,然后将含有催化剂的98%硫酸经一级加热至45℃后送入二级加热,二级加热至100℃后送入一级原料混合釜9;熔融精萘经一级加热至120℃后送入一级原料混合釜9,所述送入一级原料混合釜9中的98%硫酸和精萘的质量比为1:1.308,含有催化剂的98%硫酸和熔融精萘在一级原料混合釜9中初步混合后送入二级原料混合釜10充分混合,所述一级原料混合釜9和二级原料混合釜10中的混合温度为160℃;二级原料混合釜10中混合均匀后的物料送入一级磺化反应釜11,上述物料在一级磺化反应釜11中反应60min后,将一级磺化反应釜11中的物料送入二级磺化反应釜12;上述物料在二级磺化反应釜12中反应60min后,将二级磺化反应釜12中的物料送入三级磺化反应釜13;上述物料在三级磺化反应釜13中反应60min后,将三级磺化反应釜13中的物料送入四级磺化反应釜14,上述物料在四级磺化反应釜14中反应30min完成磺化反应;上述各级磺化反应釜中的磺化反应温度均为162℃,磺化反应结束后,所得产物中β-萘磺酸的总反应收率为74%(外标法),91.5%(HPLC)。

[0045] 实施例7

[0046] 98%硫酸中添加的催化剂按如下重量比配制,即将磺化煤油:NMP:三辛胺:无水硫酸钠:十氢化萘按50:5:10:8:30的重量比加入到带搅拌功能的配制釜中,保持配制釜中的温度为60℃,搅拌60min,获得催化剂;在98%硫酸中加入为硫酸总量2%的催化剂,然后将含有催化剂的98%硫酸经一级加热至45℃后送入二级加热,二级加热至120℃后送入一级原料混合釜9;熔融精萘经一级加热至120℃后送入一级原料混合釜9,所述送入一级原料混合釜9中的98%硫酸和精萘的质量比为1:1.308,含有催化剂的98%硫酸和熔融精萘在一级原料混合釜9中初步混合后送入二级原料混合釜10充分混合,所述一级原料混合釜9和二级原料混合釜10中的混合温度为160℃;二级原料混合釜10中混合均匀后的物料送入一级磺化反应釜11,上述物料在一级磺化反应釜11中反应60min后,将一级磺化反应釜11中的物料送入二级磺化反应釜12;上述物料在二级磺化反应釜12中反应60min后,将二级磺化反应釜12中的物料送入三级磺化反应釜13;上述物料在三级磺化反应釜13中反应60min后,将三级磺化反应釜13中的物料送入四级磺化反应釜14,上述物料在四级磺化反应釜14中反应60min完成磺化反应;上述各级磺化反应釜中的磺化反应温度均为162℃,磺化反应结束后,所得产物中β-萘磺酸的总反应收率为76%(外标法),92.8%(HPLC)。

[0047] 实施例8

[0048] 98%硫酸中添加的催化剂按如下重量比配制,即将磺化煤油:NMP:三辛胺:无水硫酸钠:十氢化萘按50:5:10:8:30的重量比加入到带搅拌功能的配制釜中,保持配制釜中的温度为60℃,搅拌60min,获得催化剂;在98%硫酸中加入为硫酸总量8%的催化剂,然后将含有催化剂的98%硫酸经一级加热至45℃后送入二级加热,二级加热至120℃后送入一级原料混合釜9;熔融精萘经一级加热至120℃后送入一级原料混合釜9,所述送入一级原料混合釜9中的98%硫酸和精萘的质量比为1:1.308,含有催化剂的98%硫酸和熔融精萘在一级原料混合釜9中初步混合后送入二级原料混合釜10充分混合,所述一级原料混合釜9和二级原料混合釜10中的混合温度为160℃;二级原料混合釜10中混合均匀后的物料送入一级磺化反应釜11,上述物料在一级磺化反应釜11中反应60min后,将一级磺化反应釜11中的物料送入二级磺化反应釜12;上述物料在二级磺化反应釜12中反应60min后,将二级磺化反应釜12中的物料送入三级磺化反应釜13;上述物料在三级磺化反应釜13中反应60min后,将三级磺化反

应釜13中的物料送入四级磺化反应釜14,上述物料在四级磺化反应釜14中反应60min完成磺化反应;上述各级磺化反应釜中的磺化反应温度均为165℃,磺化反应结束后,所得产物中β-萘磺酸的总反应收率为80.6%(外标法),96.6%(HPLC)。

[0049] 根据实验数据,可以推断得出本发明提供的萘连续催化磺化方法及其装置具有很好的可拓展性,即可通过增加磺化反应级数及配套的装置实现拓展,在实际生产过程中根据β-萘磺酸的总反应收率要求,增减磺化反应级数,从而有效的节约成本投入。

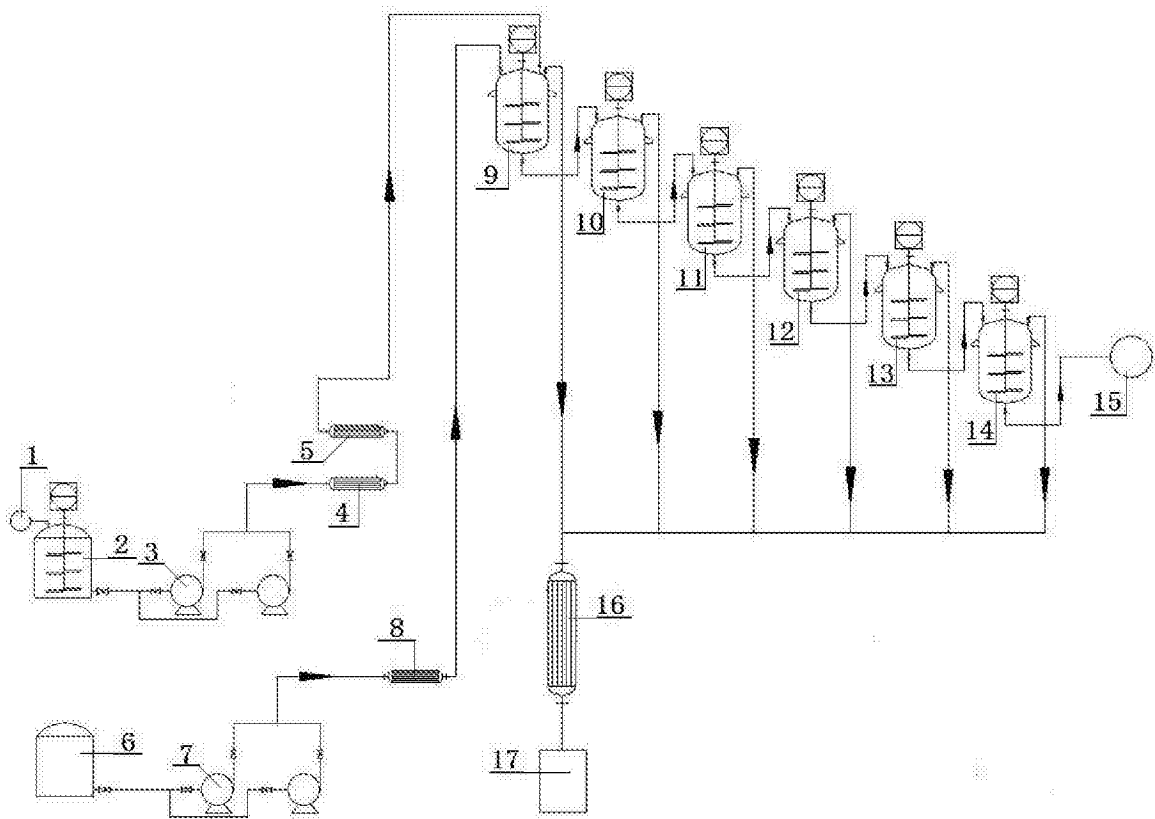


图1