



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103201253 B

(45) 授权公告日 2014. 12. 03

(21) 申请号 201180050920. 9

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2011. 10. 17

C07C 211/46 (2006. 01)

(30) 优先权数据

(56) 对比文件

102010042731. 4 2010. 10. 21 DE

CN 101024615 A, 2007. 08. 29, 权利要求 1.

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

审查员 王大为

2013. 04. 22

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/EP2011/068122 2011. 10. 17

(87) PCT国际申请的公布数据

W02012/052407 DE 2012. 04. 26

(73) 专利权人 拜耳知识产权有限责任公司

地址 德国蒙海姆

(72) 发明人 P·莱纳 K·萨默 A·S·穆萨

(74) 专利代理机构 北京北翔知识产权代理有限公司

公司 11285

代理人 苏萌 钟守期

权利要求书2页 说明书20页 附图5页

(54) 发明名称

纯化由气相加氢获得的苯胺的方法

(57) 摘要

本发明涉及通过硝基苯的气相加氢制备的苯胺的纯化方法,所述方法通过将以气相形式获得的粗反应产物进行分级冷凝以获得至少两种液体过程产物——部分冷凝物(PK)和完全冷凝物(TK),其中引起PK形成的冷凝比引起TK形成的冷凝在更高的温度下进行,来自PK的过程产物和来自TK的过程产物各个彼此分开地流入由至少一个提馏段和至少一个精馏段组成的蒸馏塔,其中来自PK的产物流被引入最低提馏段和其后续段之间的蒸馏塔的较低段,且来自TK的产物流被引入最高精馏段上方的蒸馏塔的顶部,并且所需的被纯化的苯胺在蒸馏塔的最低提馏段和最高精馏段之间的侧线物流中回收。

1. 通过硝基苯的气相加氢以及随后的苯胺纯化来制备苯胺的方法,其中

获得气体粗反应产物 (11/21/31/41), 对其进行分级冷凝以获得至少两种液体过程产物, 即至少一种部分冷凝物 (PK) (12/22/32/42) 和一种完全冷凝物 (TK) (111/211/311/411), 其中

引起 PK (12/22/32/42) 形成的冷凝比引起 TK (111/211/311/411) 形成的冷凝在更高的温度下进行,

其特征在于

来自 PK 的产物流和来自 TK 的产物流被送入包括至少两个段的蒸馏塔 (T2) 中, 所述两个段即至少一个提馏段和至少一个精馏段,

其中来自 PK 的产物流被引入最低提馏段和其后续段之间的蒸馏塔的较低段, 并且来自 TK 的产物流被引入最高精馏段上方的蒸馏塔的顶部, 且其中

经蒸馏的苯胺 (122/222/322/422) 在蒸馏塔的最低提馏段和最高精馏段之间的侧线物流中被回收。

2. 权利要求 1 的方法, 其中

引起 PK (12/22/32/42) 形成的冷凝在 60°C 至 160°C 的温度下进行, 且

引起 TK (111/211/311/411) 形成的冷凝在 25°C 至 90°C 的温度下进行。

3. 权利要求 1 的方法, 其中

来自 PK 的产物流为在分级冷凝中获得的部分冷凝物 (42), 且

来自 TK 的产物流为通过将 TK (411) 或包含 TK 的过程产物 (4111/41111) 相分离为水相和有机相而获得的有机相 (414)。

4. 权利要求 1 的方法, 其中

来自 PK 的产物流为使 PK (12/22/32) 或包含 PK 的过程产物 (161/261/361) 与碱性水溶液 (17/27/37) 混合且随后进行相分离分成水相和有机相后而获得的有机相 (117/217/317), 并且

来自 TK 的产物流为使 TK (111/211/311) 或包含 TK 的过程产物 (2111/3111) 与碱性水溶液 (112/212/312) 混合且随后进行相分离分成水相和有机相后而获得的有机相 (116/214/316)。

5. 权利要求 4 的方法, 其中

在与碱性水溶液 (17/27/37) 混合前、混合中或混合后, 将 PK (12/22/32) 或包含 PK 的过程产物 (161/261/361) 以单步过程或多步过程与水或包含至少 50 质量% 水的物流 A 混合, 所述百分比基于物流 A 的总质量计。

6. 权利要求 5 的方法, 其中

包含至少 50 质量% 水的物流 A 为使 TK (111/211/311) 或包含 TK 的过程产物 (2111/3111) 与碱性水溶液 (112/212/312) 混合且随后进行相分离分成水相和有机相后而获得的水相 (113/213/313)。

7. 权利要求 4 至 6 中任一项的方法, 其中

将 TK (111/311) 或包含 TK 的过程产物 (3111) 与碱性水溶液 (112/312) 混合且随后进行相分离后而获得的有机相 (114/314) 以单步过程或多步过程用水或包含至少 50 质量% 水的物流 B 洗涤, 所述百分比基于物流 B 的总质量计。

8. 权利要求 7 的方法, 其中

包含至少 50 质量%水的物流 B 为在蒸馏塔 (T2) 顶部移出的气相 (118) 的液体冷凝物流 (120) 或包含在蒸馏塔 (T2) 顶部移出的气相 (318) 的液体冷凝物流的过程产物 (320)。

9. 权利要求 4 至 6 中任一项的方法, 其中

在与碱性水溶液 (212) 混合前、混合中或混合后, 将 TK(211) 或包含 TK 的过程产物 (2111) 以单步过程或多步过程与水或包含至少 50 质量%水的物流 B 混合, 所述百分比基于物流 B 的总质量计。

10. 权利要求 9 的方法, 其中

包含至少 50 质量%水的物流 B 为包含在蒸馏塔 (T2) 顶部移出的气相 (218) 的液体冷凝物流的过程产物 (220)。

11. 权利要求 8 的方法, 其中

通过将苯胺-水共沸混合物 (328) 加入至在蒸馏塔 (T2) 顶部移出的气相 (318) 的总冷凝物 (319) 中来获得包含在蒸馏塔 (T2) 顶部移出的气相的液体冷凝物流的过程产物 (320),

所述苯胺-水共沸混合物 (328) 通过将 PK(32) 或包含 PK 的过程产物 (313) 与碱性水溶液 (37) 混合后进行相分离获得的水相 (326) 引入水汽提塔 (T3) 中来获得。

12. 权利要求 10 的方法, 其中

通过将苯胺-水共沸混合物 (228) 加入至在蒸馏塔 (T2) 顶部移出的气相 (218) 的总冷凝物 (219) 中来获得包含在蒸馏塔 (T2) 顶部移出的气相的液体冷凝物流的过程产物 (220),

所述苯胺-水共沸混合物 (228) 通过将 PK(22) 或包含 PK 的过程产物 (213) 与碱性水溶液 (27) 混合后进行相分离获得的水相 (226) 引入水汽提塔 (T3) 中来获得。

13. 权利要求 3 的方法, 其中将从蒸馏塔 (T2) 的侧线物流中回收的苯胺 (422) 与碱性水溶液 (432) 混合, 并通过相分离获得已去除酸性杂质的苯胺 (434)。

14. 权利要求 4 至 6 以及 13 中任一项的方法, 其中将碱金属氢氧化物或碱土金属氢氧化物的溶液用作碱性水溶液 (17/27/37-112/212/312-432)。

纯化由气相加氢获得的苯胺的方法

[0001] 本发明涉及通过硝基苯的气相加氢制备的苯胺的纯化方法,所述方法通过将以气相形式获得的粗反应产物进行分级冷凝以获得至少两种液体过程产物——部分冷凝物(PK)和完全冷凝物(TK),其中引起PK形成的冷凝比引起TK形成的冷凝在更高的温度下进行,来自PK的产物流和来自TK的产物流各自彼此分开地流入由至少一个提馏段和至少一个精馏段组成的蒸馏塔,其中来自PK的产物流被引入最低提馏段和其后续段之间的蒸馏塔的较低段,并且来自TK的产物流被引入最高精馏段上方的蒸馏塔的顶部,并且所需的被纯化的苯胺在蒸馏塔的最低提馏段和最高精馏段之间的侧线物流中回收。

[0002] 芳族胺是重要的中间体,其必须廉价且大量可得。苯胺(工业上特别重要的芳族胺)可以通过本发明的方法以优异的方式纯化。苯胺是制备二苯基甲烷(MDI)类物质的二异氰酸酯和多异氰酸酯的重要中间体并且通常通过硝基苯的催化加氢来进行工业规模的制备。为此目的必须建造极大容量的装置以能够满足巨大的全世界需求。硝基苯的加氢优选在固定床反应器中的固定、非均相负载的催化剂(例如在氧化铝或碳载体上的Pd)上的气相中、在2至50巴的绝对压力下、在250至500°C范围的温度下、在绝热条件下以气体循环模式进行;参见EP-A-0696573、EP-A-0696574和EP-A-1882681。“气体循环模式”意指将粗反应产品中包括的不可凝气体(即主要为在加氢过程中未反应的氢气以及任何加入的惰性气体)——任选地除将少量气体释放以保持循环气体的其他气体组分(例如通过脱氨基反应在催化剂上形成的氨气)恒定外——回送至反应中。

[0003] 在苯胺的制备中,除目标产物外,还形成水和有机次要产物。还可另外存在一定量的未反应的硝基苯,这取决于制备方法。所述有机次要产物,以及任何未反应的硝基苯在苯胺被进一步使用前必须被分离出。有机次要组分以及任何未反应的硝基苯可分为两类:a)“低沸物”类,即具有低于苯胺的沸点(b. p. =184° C)的化合物或各个组分的共沸混合物,和b)“高沸物”类,即具有高于苯胺的沸点的化合物或各个组分的共沸混合物。因此,硝基苯(b. p. =211° C)属于高沸物类。

[0004] 因此,硝基苯的气相加氢装置的粗产物流通常包括:

[0005] - 苯胺,

[0006] - 工艺用水(即在反应中形成的水以及任选地加入至起始气体流中的水的总和),

[0007] - 不可凝气体(过量的氢气——任选含有气体杂质如甲烷、二氧化碳——以及任选加入的惰性气体(例如为改善加入的氮气的选择性,参见EP-A-1882681),以及任选的气体次要产物,例如来自脱氨基反应的氨气),

[0008] - 低沸物,和

[0009] - 高沸物(其还可任选包含一定量的未反应的硝基苯)。

[0010] 低沸物类的一个实例为苯(b. p. =80° C),且高沸物类的一个实例为二苯胺(b. p. =302° C)。苯胺可容易地与这两种作为实例提及的杂质分离,因为其沸点非常不同于苯胺的沸点($\Delta T_s=104K$ 和 $118K$)。另一方面,在产物冷凝后,高沸物恰恰使得需要将苯胺蒸发并再次冷凝,因此高沸物的存在特别有问题。

[0011] 此外,一个特别的困难是那些沸点非常类似于苯胺沸点的次要产物的分离,因为

此处需要考虑蒸馏方面的费用。在本文中,苯酚(b. p. =182° C)的分离代表对蒸馏技术的主要挑战,这反映为使用具有大量塔板和较高回流比的长蒸馏塔,以及在投资和能源方面相对高的支出。

[0012] 具有酚羟基基团的化合物(即带有至少一个直接位于芳环上的羟基基团(-OH)的化合物)通常在苯胺的后处理中是有问题的。除苯酚外(已经提及),可特别提及各种氨基酚。

[0013] 因此,苯胺的纯化不是一件小事而是具有极大的工业重要性。许多方法特别解决所提及的与具有酚羟基基团的化合物有关的难题。方案包括通过与合适的碱反应将具有酚羟基基团的化合物转化为相应的盐,该盐为非挥发性化合物,明显更容易被分离出。

[0014] 因此,JP-A-49-035341、US-A-2005080294、EP-A-1845079 和 EP-A-2-028176 公开了芳族胺在碱的存在下蒸馏的方法。在该方法中,固体沉积、污染和 / 或在蒸馏中粘度显著提高的问题必须通过复杂和 / 或昂贵的措施避免。

[0015] 作为在蒸馏过程中从苯胺中移除具有酚羟基基团化合物的替代方案,JP-A-08-295654 记载了用稀的碱性氢氧化物水溶液萃取。该方法的缺点在于高的 NaOH 消耗以及由于碱性氢氧化物溶液的低浓度而形成大量含有碱性酚盐的废水。

[0016] EP-A-1845080 记载了通过用浓度 >0.7 质量 % 的碱金属氢氧化物水溶液萃取来纯化苯胺的方法,其中调节浓度和温度以使水相在随后的相分离中总是为下方的相。

[0017] JP-A-2007217405 记载了含苯酚的苯胺与碱金属氢氧化物水溶液以如下的方式至少接触两次的方法:碱金属氢氧化物在水相中的浓度为 0.1 质量 % 至 0.7 质量 %。

[0018] JP-A-2005350388 总体上涉及苯胺后处理的改进。记载了如下的方法:其中苯胺蒸馏塔塔底产物的一部分由此排出,然后分别转化为气相,即在不同于蒸馏塔的实际蒸发器的第二蒸发器中。将如此获得的气相回送至纯苯胺塔中;分离出不能蒸发的高沸点馏分。该方法的一个缺点为低沸物和水必须在实际的苯胺蒸馏塔的上游通过脱水塔中的额外蒸馏而除去,该方法就设备而言是复杂的。

[0019] 提及的公开文本均没有讨论在蒸馏过程中如何降低必须蒸发和再次冷凝的苯胺的比例。如果待纯化的苯胺来自气相过程,根据现有技术其甚至通过两次冷凝:以气相形式获得的反应产物首先尽可能被完全冷凝,除去水相,然后将得到的有机相蒸馏,即将所需的产物 (i) 冷凝、(ii) 蒸发并 (iii) 再次冷凝,就能量和设备而言这是非常昂贵的且可导致对苯胺相当大的热应激。

[0020] 因此,本发明的一个目的为提供来自气相加氢的苯胺的纯化方法,其中仅极少比例的苯胺自身必须被蒸发并再次冷凝且其中尽可能有效地实现具有酚羟基基团的化合物的分离,伴随着最少损失有价值的苯胺。

[0021] 该目的可通过硝基苯的气相加氢来制备苯胺以及随后纯化苯胺的方法实现,其中获得由苯胺、工艺用水、不可凝气体、低沸物和高沸物组成的气相粗反应产物,所述反应产物经历分级冷凝以获得至少两种,优选仅两种液体过程产物,即至少一种,优选一种部分冷凝物 (PK) 和完全冷凝物 (TK),其中

[0022] 引起 PK 形成的冷凝比引起 TK 形成的冷凝在更高的温度下进行,PK 包括主要部分的高沸物,而 TK 包括主要部分的低沸物以及主要部分的苯胺以及主要部分的工艺用水,其特征在于

[0023] 使来自 PK 的产物流和来自 TK 的产物流流入包括至少两个段即至少一个提馏段 (AT) 和至少一个精馏段 (VT) 的蒸馏塔, 其中

[0024] 来自 PK 的产物流被引入最低提馏段和其后续段之间的蒸馏塔的较低段, 且来自 TK 的产物流被引入最高精馏段上方的蒸馏塔的顶部, 且其中

[0025] 经蒸馏的苯胺在蒸馏塔的最低提馏段和最高精馏段之间的侧线物流中回收。

[0026] 下文通过优选的实施方案来解释所述方法, 这涉及仅两种冷凝物流 (PK 和 TK) 的形成。对于本领域技术人员而言修改本方法以使其包括多于两种冷凝物流是简单的事情, 例如通过在最后的冷凝阶段 (TK) (其尽可能地完全) 的上游提供多个部分冷凝阶段 PK₁、PK₂ 等。

[0027] 在本发明方法的最简单的实施方案中, 来自 PK 的产物流是在分级冷凝中获得的部分冷凝物, 即其与 PK 自身是相同的, 并且来自 TK 的产物流是有机相, 所述有机相通过 TK 或包含 TK 的过程产物 (通过将 TK 与其他产物流 (参见图 4 以及相关解释) 结合来获得) 的相分离分成水相和有机相而获得。

[0028] 根据确切的分离任务 (即最终取决于次要产物谱, 其根据制备方法变化), 有利的是用碱处理苯胺以移除酸性杂质, 特别是提及的具有酚羟基基团的化合物, 该移除与其他可能的方法相比甚至更完全。在该情况下, 来自 PK 的产物流优选为有机相, 所述有机相在使 PK 或包含 PK 的过程产物 (通过将 TK 与其他产物流结合来获得 (参见图 1 至 3 以及相关解释)) 与碱性水溶液混合, 随后进行相分离分成水相和有机相之后获得。类似地, 在所述情况下, 来自 TK 的产物流优选为有机相, 所述有机相在使 TK 或包含 TK 的过程产物与碱性水溶液混合 (参见图 2 至 3 以及相关解释), 随后进行相分离分成水相和有机相之后获得。

[0029] 特别优选地, 在该实施方案中, 在与碱性水溶液混合前、混合中或混合后, 使 PK 或包含 PK 的过程产物以单步或多步过程另外与水或与包含至少 50 质量 % 水, 优选至少 80 质量 % 水, 特别优选至少 90 质量 % 水 (基于物流 A 的总质量计) 的物流 A 混合, 以尽可能降低来自 PK 的产物流的盐负荷。更特别优选地, 物流 A 为水相, 所述水相在使 TK 或包含 TK 的过程产物与碱性水溶液混合, 随后进行相分离分成水相和有机相之后而获得。

[0030] 另外还优选在与碱性水溶液混合前、混合中或混合后 (但是在相分离前), 使 TK 或包含 TK 的过程产物以单步或多步过程与水或包含至少 50 质量 % 水, 优选至少 80 质量 % 水, 特别优选至少 90 质量 % 水 (基于物流 B 的总质量计) 的物流 B 混合。或者, 还可以单步或多步的过程用水或包含至少 50 质量 % 水, 优选至少 80 质量 % 水, 特别优选至少 90 质量 % 水的物流 B 来洗涤在 TK 或包含 TK 的过程产物与碱性水溶液混合并随后进行相分离后获得的有机相。在这两种情况下, 优选用作物流 B 的为蒸馏塔顶部移出的气相的液体冷凝流或包含在蒸馏塔顶部移出的气相的液体冷凝流的过程产物。“包含在蒸馏塔顶部移出的气相的液体冷凝流的过程产物”最特别优选为通过将苯胺-水共沸混合物 (其通过将 PK 或包含 PK 的过程产物与碱性水溶液混合后进行相分离而获得的水相引入水汽提塔 (water stripper) 来获得) 加入至在蒸馏塔顶部移出的气相的总冷凝物来获得。

[0031] 或者, 用碱性水溶液处理苯胺还可以在蒸馏后进行。在这类实施方案中, 来自 PK 的产物流优选与 PK 自身相同, 且来自 TK 的产物流优选为有机相, 所述有机相通过包含 TK 的过程产物的相分离 (参见图 4 和相关解释) 分成水相和有机相来获得。从蒸馏塔侧线物流回收的苯胺与碱性水溶液混合, 并且通过相分离获得几乎没有酸性杂质的苯胺。

[0032] 根据本发明的蒸馏塔包括至少两段：提馏段和精馏段。因此，在最简单的情况下，来自 PK 的产物流被引入至这两段之间，且来自 TK 的产物流流入精馏段上方的塔的顶部。如果蒸馏塔包括多于两段，则来自 PK 的产物流优选被引入最低的提馏段和其后续段之间，该后续段通常为精馏段。在三段的情况下（参见图），AT（= 最低提馏段，在该实施方案中唯一的提馏段）、VT1（=AT 后的精馏段）和 VT2（= 最上面的精馏段），来自 TK 的产物流被引入 AT 和 VT1 之间，且来自 TK 的产物流被引入 VT2 上方的塔的顶部。段的数量还可以大于三。

[0033] 本发明方法的一个可行的实施方案在下文通过图 1 更详细地解释。

[0034] 在这些图中：

[0035] （在本说明书中，物流的附图标记的第一个数字表示所涉及的图。对于来自本发明的不同的实施方案的相同的或可比拟的物流，所述附图标记的第一个数字后的数字是相同的。）

[0036] 表 1：图 1 的附图标记

[0037]

物流	含义	装置	含义
11	气体粗反应产物(粗苯胺)	T1	用于将粗苯胺物流分为 PK 和 TK 的洗涤器
12	从 T1 排出的液体过程产物 (PK)	CC1	冷凝器
13	来自 T1 的顶部产物	V1	分离器
14	通过 CC1 后的 13	CC2	冷凝器
15	回送至 T1 顶部的液体产物流	V2	分离器
16	通过 C1 后的 12	C3	冷却器
161	与 113 混合后的 16 (161 = "包含 PK 的过程产物")	D2	倾析器
17	用于处理 PK 或包含 PK 的过程产物的碱性水溶液	C1	冷却器
18	来自 V1 的顶部产物	D1	倾析器
19	通过 CC2 后的 18	H1	预热器
110	来自 V2 的顶部产物	D3	倾析器
111	从 V2 排出的液体过程产物 (TK)	T2	蒸馏塔
112	用于处理 TK 或包含 TK 的过程产物的碱性水溶液	AT	提馏段
113	来自 D2 的水相	VT1	上部精馏段
114	来自 D2 的有机相	VT2	中部精馏段
115	来自 D3 的水相	Hv1	蒸发器
116	来自 D3 的有机相	C4	冷却器
117	来自 D1 的有机相	CC3	冷凝器
118	在 T2 顶部移出的气相	V3	分离器

[0038]

119	通过 CC2 后的 118 (118 的总冷凝物)		
120	在 V3 底部移出的液体冷凝物流		
121	来自 V3 的顶部产物		
122	来自 T2 的侧线采出的苯胺物流		
123	通过 C4 后的来自 T2 的侧线采出的苯胺物流		
124	至蒸发器 Hv1 的循环物流		
125	自 T2 排出的底部流出物		
126	来自 D1 的水相		

[0039] 气体反应产物物流 11 (由苯胺、工艺用水、不可凝气体、低沸物和高沸物组成) 首先通入洗涤器 T1 中。物流 13 在 T1 的顶部回收, 并在冷凝器 CC1 中冷却至 60℃至 160℃, 优选 80℃至 140℃且特别优选 100℃至 120℃的温度 (冷凝导致 PK 的形成)。绝对压力为 1 巴至 50 巴, 优选 2 巴至 20 巴且特别优选 2 巴至 10 巴。

[0040] 如此获得的物流 14 在分离器 V1 中分离为气相和液相。在该实施方案中, 回送至 T1 顶部的物流 15 为在 V1 的底部移出的液相。因此在 T1 中形成富含高沸物的液体过程产物 (PK), 其在底部移出 (物流 12)。除包含高沸物 (优选包含在物流 11 中的高沸物的 90 质量 % 至 100 质量 %) 外, 物流 12 (PK) 还包含苯胺馏分 (优选包含在物流 11 中的苯胺的 0.1 质量 % 至 35 质量 %)、低沸物馏分 (优选包含在物流 11 中的低沸物的 <1 质量 %) 和工艺用水 (优选包含在物流 11 中的工艺用水的 <5 质量 %)。物流 12——优选在流经冷却器 C1 后 (则为 16)——以单步或多步过程与碱性水溶液 17 和水 (未示出) 或与包含至少 50 质量 %, 优选至少 80 质量 %, 特别优选至少 90 质量 % 的水的物流 A (优选物流 113) 混合, 然后进料至倾析器 D1 中。与水或与包含至少 50 质量 % 水的物流混合可在与碱溶液混合前进行, 同时进行或在与碱溶液混合后进行, 优选在与碱溶液混合后进行。

[0041] 所有的水溶性碱性化合物原则上均适于制备本发明的碱性水溶液, 所述碱为例如碱金属或碱土金属氢氧化物、碳酸盐或碳酸氢盐。氢氧化钠在水中的溶液优选用作碱溶液, 氢氧化钠质量含量优选至少 10%, 特别优选至少 20% 且最特别优选至少 30%, 基于氢氧化钠溶液的总质量计。极特别优选使用市售可得的 32% 氢氧化钠溶液。碱与所有酚羟基基团的总量的摩尔比至少为 1:1, 但是优选使用摩尔过量的碱。保持摩尔过量的碱与所有酚羟基基团的总量的比不超过 20:1, 优选不超过 15:1 且特别优选不超过 10:1。在进行多步碱处理的情况下, 摩尔比优选在各个步骤保持。为能够确定碱与所有酚羟基基团的总量的所需的摩尔比, 待处理的过程物流的组成必须是已知的。其通过常规的分析方法, 优选通过气相色谱法测定。上述给出的涉及待使用的碱的性质和用量的细节也适用于本发明方法的所有实施方案。通过碱处理和用水洗涤而获得的两相过程产物在倾析器 D1 中经历本领域技术人员已

知的相分离,其中盐(过量的碱和具有酚羟基基团的化合物的盐)大部分或全部保留在水相中。水相(物流 126)优选进料至废水处理器,特别优选废水汽提塔中。

[0042] 从 V1 顶部移出的气体物流 18 在冷凝器 CC2 中冷凝以使除残留的气相外还形成液体过程产物(冷凝导致 TK 的形成)。冷凝温度由经济边界条件控制;过高的温度导致不想要的产物损失,过低的温度导致不可接受的用于冷凝的能量支出。因此,实际选择的冷凝温度代表折中的温度且其优选为 25℃至 90℃,特别优选 30℃至 80℃且最特别优选 40℃至 70℃。在所述方法步骤中,不仅苯胺冷凝;水和低沸物,以及任选的少量夹带的高沸物也冷凝。绝对压力为 1 巴至 50 巴,优选 2 巴至 20 巴且特别优选 2 巴至 10 巴。

[0043] 离开 CC2 的物流 19 流入分离器 V2 以分离液相和气相。所述气相(包含来自反应的过量的氢气)优选作为循环气(物流 110)回送至硝基芳基化合物还原反应中。作为物流 111 移出的液体过程产物(TK)——优选在流经又一个冷却器 C3 后——以单步或多步过程与碱溶液(物流 112)混合,优选使用与物流 17 相同类型的碱溶液并且碱的摩尔过量程度优选与物流 12 或(在优选的实施方案中)物流 16 的碱处理相同。待碱处理的物流的分析优选通过与对于物流 12 或(在优选的实施方案中)物流 16 相同的方法进行。除主要量的苯胺(优选包含在物流 11 中的苯胺的 65 质量%至 99.9 质量%)、主要量的低沸物(优选包含在物流 11 中的低沸物的 99 质量%至 100 质量%)和主要量的工艺用水(优选包含在物流 11 中的工艺用水的 95 质量%至 100 质量%)外,物流 111(TK)还可包括少量夹带的高沸物(优选包含在物流 11 中的高沸物的 <10 质量%)。然后,所述两相过程产物在倾析器 D2 中经历本领域技术人员已知的相分离。由此获得的水相包含具有酚羟基基团的化合物的盐以及部分至全部的过量的碱。水相从 D2 排出(物流 113)。在本发明方法的一个特别优选的实施方案中,物流 113 优选用作包含至少 50 质量%水的物流 A 用于在物流 16 的碱处理之前、过程中或之后洗涤物流 16 的。

[0044] 在倾析器 D2 中的碱处理可以用碱性水溶液 112 作为单步或多步处理来进行。在 D2 中通过相分离获得的有机相从 D2 排出(物流 114)并且优选地,为了也移除盐的最终残留物,以单步或多步过程用水(图 1 中未示出)或包含至少 50 质量%水,优选至少 80 质量%水,特别优选至少 90 质量%水的物流 B(=120)洗涤。以此方式获得的两相过程产物在倾析器 D3 中经历本领域技术人员已知的相分离。在倾析器 D3 中的洗涤可以单步或多步洗涤的方式进行。在该实施方案中,来自洗涤的水相(物流 115)被排出,然后可优选进料至又一个方法步骤(未示出)中,其中物流 115 被进一步纯化并且包含在该物流中的苯胺被回收。剩余的水性馏分送至废水处理中。

[0045] 蒸馏塔 T2 优选由上部精馏段、中间精馏段和下部提馏段,以及蒸发器 Hv1 组成。

[0046] 在该实施方案中,来自 PK 的产物流为在 D1 中获得的有机相,所述产物流被引入最低提馏段和其后续段之间的蒸馏塔 T2 的较低段。优选将其在预热器 H1 中从 100℃加热至 180℃并且然后引入至 T2(物流 117)。

[0047] 在该实施方案中,来自 TK 的产物流为在 D3 中获得的有机相(物流 116),所述产物流被引入最高精馏段上方的蒸馏塔 T2 的顶部。物流 116 优选具有 30℃至 60℃的温度。

[0048] 苯胺作为侧线物流(122)从蒸馏塔中回收。一部分苯胺(优选 10 质量%至 80 质量%,特别优选 20 质量%至 50 质量%的物流 122)优选回送至蒸馏塔中以便其中的气流维持在可使低沸物充分除去的程度。没有回送的苯胺部分优选在冷却器 C4 中进一步冷却并

且作为纯的苯胺物流 123 被回收。

[0049] 除苯胺馏分外,在顶部回收的物流 18 还包括低沸物和残留的水,由于水在有机相中有一定程度的溶解性,因此水在倾析器中不能完全除去。在流经冷凝器 CC3 后,物流 119 进料至 V3,在这里富含水的冷凝物(物流 120)在底部被移除。在本发明方法的一个特别优选的实施方案中,该富含水的物流 120 优选用于洗涤物流 114。因此,在该实施方案中,将来自 TK 的产物流与碱性水溶液混合并随后进行相分离后获得的有机相以单步或多步的过程用水或用包含至少 50 质量 % 水的物流洗涤。在 V3 顶部移出的气体物流 (121) 被送至废气处理、优选燃烧中。

[0050] 蒸馏塔 T2 的底部产物优选被部分至完全回收,部分或完全进料至蒸发器 Hv1 (物流 124),在那里其尽可能地蒸发并且再次回送至塔的较低段。不能蒸发的馏分优选在物流 125 中移除。物流 125 或者进料至处置过程,优选燃烧,或者进料至进一步地加工过程中(例如为获得其他有价值的产物例如二苯基胺,其在苯胺制备中可作为次要组分获得)。

[0051] 本发明方法的又一个优选的实施方案示于图 2,其中:

[0052] 表 2:图 2 的附图标记

[0053]

物流	含义	装置	含义
21	气体粗反应产物(粗苯胺)	T1	用于将粗苯胺物流分为 PK 和 TK 的洗涤器
22	从 T1 排出的液体过程产物 (PK)	CC1	冷凝器
23	来自 T1 的顶部产物	V1	分离器
24	通过 CC1 后的 23	S1	分流器
25	回送至 T1 顶部的产物流	C2	冷却器

[0054]

251	在 S1 中分流的产物流, 其没有回送至 T1	CC2	冷凝器
26	通过 C1 后的 22	V2	分离器
261	与 213 混合后的 26(261=“包含 PK 的过程产物”)	C3	冷却器
27	用于处理 PK 或包含 PK 的过程产物的碱性水溶液	D2	倾析器
28	来自 V1 的顶部产物	C1	冷却器
29	通过 CC2 后的 28	D1	倾析器
210	来自 V2 的顶部产物	H1	预热器
211	从 V2 排出的液体过程产物 (TK)	T2	蒸馏塔
2111	与来自 C2 的物流混合后的 211	AT	提馏段
212	用于处理 TK 或包含 TK 的过程产物的碱性水溶液	VT1	上部精馏段
213	来自 D2 的水相	VT2	中间精馏段
214	来自 D2 的有机相	Hv1	蒸发器
217	来自 D1 的有机相	C4	冷却器
218	在 T2 顶部移出的气相	CC3	冷凝器
219	通过 CC2 后的 218	V3	分离器

[0055]

220	在 V3 底部移出的液体冷凝物流	H2	预热器
221	来自 V3 的顶部产物	T3	水汽提塔
222	来自 T2 的侧线采出的苯胺物流	Hv2	蒸发器
223	来自通过 C4 后的 T2 的侧线采出的苯胺物流	C5	冷却器
224	至蒸发器 Hv1 的循环物流	CC4	冷凝器
225	自 T2 排出的底部流出物	C5	冷却器
226	来自 D1 的水相	CC4	冷凝器
227	通过 H2 后的 226		
228	T3 的顶部产物(苯胺-水共沸混合物)		
229	至蒸发器 Hv2 的循环物流		
230	自 T3 排出的底部流出物		
231	通过 C5 后的 230		

[0056] 与图 1 所示的实施方案不同,在分离器 V1 底部移出的物流在此处在分流器 S1 中分开并且仅一部分(优选 5 至 99 质量 % 的物流 9)进料至 T1 顶部(物流 25)。其余部分(物流 251)——优选在通过冷却器 C2 后——与作为物流 211 从 V2 移出的液体过程产物(TK)混合,并且如此获得的混合物(物流 2111)——优选在通过冷却器 C3 后——用碱性水溶液(212)处理。

[0057] 在 D1 中获得的富含水的物流 226 如图 1 所示未进料至废水处理过程,而是——优选地通过预热器 H2 后——流入水汽提塔 T3 的顶部(物流 227)。以此方式获得苯胺-水共沸混合物,其在顶部移出(物流 228),在冷凝器 CC4 中冷凝并且与物流 219 混合。来自 T3 的底部流出物经由物流 229 部分地进料至蒸发器 Hv2 中,在那里将其再次回送至 T3 的底段。剩余的废水(物流 230),在通过冷却器 C5 后,通过例如燃烧或在净化工厂中处置(物流 231)。水汽提塔 T3 和蒸馏塔 T2 的能量输入优选通过蒸汽的方式提供,用于 T3 的蒸汽特别优选具有比用于 T2 更低的压力。

[0058] 在该实施方案中,来自 TK 的产物流为在 D2 中获得的有机相(物流 214),所述产物流流入最高精馏段上方的蒸馏塔 T2 的顶部。在该实施方案中倾析器 D3 不是必须的;物流 220 流入 D2。在该实施方案中,物流 214 优选具有 30℃至 60℃的温度(类似于图 1 中的物流 216)。

[0059] 本发明方法的又一个优选的实施方案示于图 3,其中

[0060] 表 3:图 3 的附图标记

[0061]

物流	含义	装置	含义
31	气体粗反应产物(粗苯胺)	T1	用于将粗苯胺分离为 PK 和 TK 的洗涤器
32	从 T1 排出的液体过程产物 (PK)	CC1	冷凝器
33	T1 的顶部产物	V1	分离器
34	通过 CC1 后的 33	S1	分流器
35	回送至 T1 顶部的产物流	C2	冷却器
351	在 S1 中分流的产物流, 其没有回送至 T1	CC2	冷凝器
36	通过 C1 后的 32	V2	分离器

[0062]

361	与 313 混合后的 36 (361= “包含 PK 的过程产物”)	C3	冷却器
37	用于处理 PK 或包含 PK 的过程产物的碱性水溶液	D2	倾析器
38	来自 V1 的顶部产物	C1	冷却器
39	通过 CC2 后的 38	D1	倾析器
310	来自 V2 的顶部产物	H1	预热器
311	从 V2 排出的液体过程产物 (TK)	D3	倾析器
3111	与来自 C2 的物流混合后的 311	T2	蒸馏塔
312	用于处理 TK 或包含 TK 的过程产物的碱性水溶液	AT	提馏段

[0063]

313	来自 D2 的水相	VT1	上部精馏段
314	来自 D2 的有机相	VT2	中间精馏段
315	来自 D3 的水相	Hv1	蒸发器
316	来自 D3 的有机相	C4	冷却器
317	来自 D1 的有机相	CC3	冷凝器
318	在 T2 顶部移出的气相	V3	分离器
319	通过 CC2 后的 318	H2	预热器
320	在 V3 底部移出的液体冷凝物流	T3	水汽提塔
321	来自 V3 的顶部产物	Hv2	蒸发器
322	来自 T2 的侧线采出的苯胺物流	C5	冷却器
323	通过 C4 后的 T2 的侧回收的苯胺物流	CC4	冷凝器
324	至蒸发器 Hv1 的循环物流		
325	自 T2 排出的底部流出物		
326	来自 D1 的水相		
327	通过 H2 后的 326		
328	T3 的顶部产物(苯胺-水共沸混合物)		
329	至蒸发器 Hv2 的循环物流		
330	自 T3 排出的底部流出物		
331	通过 C5 后的 330		

[0064] 该变化方案是图 1 和图 2 所述的方案的结合,其中物流 314 在倾析器中用来自分离器 V3 的流出物(物流 320)洗涤。在该方法变化方案中,物流 320 来自 CC3 和 CC4 在 V3 中结合的冷凝物。物流 314 的洗涤可在加入碱或不加入碱,优选不加入碱下进行。在加入碱洗涤的情况下(图 3 中未示出),优选使用在处理物流 32 或(在优选的实施方案中)物流 36 中的相同的碱,但是优选以相当小的量和浓度使用。

[0065] 图 4 示出了本发明方法的一个实施方案,其中碱处理在蒸馏后进行,其中:

[0066] 表 4:图 4 的附图标记

[0067]

物流	含义	装置	含义
41	气体粗反应产物(粗苯胺)	T1	用于将粗苯胺物流分离为 PK 和 TK 的洗涤器
42	从 T1 排出的液体过程产物 (PK)	CC1	冷凝器
43	T1 的顶部产物	V1	分离器
44	通过 CC1 后的 43	S1	分流器
45	回送至 T1 顶部的产物流	C2	冷却器
451	在 S1 中分流的产物流, 其没有回送至 T1	CC2	冷凝器
48	来自 V1 的顶部产物	V2	分离器
49	通过 CC2 后的 48	C3	冷却器
410	来自 V2 的顶部产物	D2	倾析器
411	从 V2 排出的液体过程产物 (TK)	T2	蒸馏塔
4111	与来自 C2 的物流混合后的 411	AT	提馏段
41111	与 420 混合后的 4111	VT1	上部精馏段
413	来自 D2 的水相	VT2	中间精馏段
414	来自 D2 的有机相	Hv1	蒸发器
418	在 T2 顶部移出的气相	V3	分离器

[0068]

420	在 V3 底部移出的液体冷凝物流	C5	冷却器
421	来自 V3 的顶部产物	D4	倾析器
422	来自 T2 的侧线采出的苯胺物流	D5	倾析器
424	至蒸发器 Hv1 的循环物流	CC4	冷凝器
425	自 T2 排出的底部流出物	T3	水汽提塔
428	T3 的顶部产物(苯胺-水共)	Hv2	蒸发器

[0069]

	沸混合物)		
429	至蒸发器 Hv2 的循环物流	C7	冷却器
430	自 T3 排出的底部流出物		
432	碱性水溶液		
433	来自 D4 的有机相		
434	来自 D5 的有机相 (= 含水的被纯化的苯胺)		
435	来自 D4 的水相		
436	来自 D5 的水相		

[0070] 在该实施方案中,来自 PK 的产物流与 PK 本身相同,即其为作为物流 42 从 T1 排出的液体过程产物,其中所述产物流被引入最低提馏段和其后续段之间的蒸馏塔 T2 的较低段。在该实施方案中(如图 2 中),来自 TK 的产物流为在 D2 中获得的有机相(物流 414),其中所述产物流流入最高精馏段上方的蒸馏塔 T2 的顶部。在本发明的该变化方案中,来自 D2 的水相(物流 413)部分至完全地流入水汽提塔(T3)中以获得苯胺-水共沸混合物(在此为 428)。在通过冷凝器 CC4 后,苯胺-水共沸混合物 428 用于在倾析器 D2 中洗涤完全冷凝物。

[0071] 在该实施方案中,V3 的底部流出物(物流 420)优选与物流 4111 混合。如此获得的混合物(物流 4111)如上所述流入 D2。

[0072] 碱性水溶液 432 加入至经蒸馏的苯胺 422 中。如此获得的过程产物任选与来自 D2 的水相(物流 413)混合,然后在通过冷却器 C5 后,流入倾析器 D4 中,其中酸性杂质在 80℃ 至 160℃ 的温度下被中和。来自 D4 的水相(物流 437)回送至 T3 的顶部。来自 D4 的有机相(物流 433)——其仍然包含大量的水——经由冷却器 C7 流入另一个倾析器 D5 中并且在 20℃ 至 40℃ 下经历相分离以尽可能地降低经纯化的苯胺(物流 434)中的水含量。经纯化的苯胺 434 基本上仅包含水,相当于水在倾析器 D5 中的温度下在苯胺中的溶解度。具有酚羟基基团的化合物以及其他次要组分仅以微不足道的量存在(总共 <100ppm,优选 <50ppm,特别优选 <25ppm,基于物流 434 的有机馏分的质量计)。根据苯胺所需的用途,其可以保持这种状态或被干燥,优选通过汽提干燥(在图 4 中未示出)。

[0073] 来自 D5 的水相(物流 436)也回送至 T3 的顶部。

[0074] 本发明方法与现有技术相比特征在于仅将一部分经纯化的苯胺经过步骤(i) 冷凝-(ii) 蒸发-(iii) 再次冷凝,而不是像现有技术中常规做法那样将经纯化苯胺的全部进行处理。在本发明的方法中,仅一部分来自 PK 的经纯化的苯胺完全通过步骤(i) 至(iii)。然而,仅一部分来自 TK 的经纯化的苯胺馏分通过步骤(i) 至(iii)。包含在来自 TK 的产物流中且被引入最高精馏段上方的塔顶部的苯胺的馏分在冷凝(i) 后不再蒸发,所述馏分直接送入纯的苯胺物流,即不通过物流 118/218/318-119/219/319-120/220/320 或 418/420/4111。不再蒸发的苯胺的馏分优选为纯苯胺物流的总质量(干燥后的 123/223/323 或 434)的 65 质量% 至 99.9 质量%,这取决于实际的边界条件。因此,在能量和设备方面的

费用以及对有价值的苯胺的热应激显著降低。

[0075] 此外,如果所考虑的特定的分离任务需要,则可以简单的方式通过所述的碱处理结合所述的蒸馏来实现在经纯化的苯胺中具有酚羟基基团的化合物含量的有效降低。

实施例

[0076] 以下实施例记载了纯苯胺的纯化,所述纯苯胺以 35,000kg/h 的质量流速且在 147℃ 的温度下从生产设备流出且其具有以下组成:

[0077] 表 5:待纯化的粗苯胺物流的组成

[0078]

组分	含量以质量 % 计
不可凝气体	21.46
低沸物	1.140
水	25.75
苯胺	51.51
苯酚	0.04
高沸物	0.1

[0079] 在所有情况下,将 32% 氢氧化钠溶液用作碱性水溶液,其量为基于苯酚的化学计量用量。在每种情况下,使用由三段(从底部到顶部:较低提馏段(AT)、中间精馏段(VT1)、上部精馏段(VT2))组成的蒸馏塔进行蒸馏,所述蒸馏塔具有蒸发器 Hv2。

[0080] 实施例 1 (对比实施例:一个冷凝步骤,在蒸馏过程中存在碱。ASPEN 模拟)

[0081] 图 5 示出了该实施例中使用的方法。在图中:

[0082] 表 6:图 5 的附图标记

[0083]

物流	含义	装置	含义
51	气体粗反应产物(粗苯胺)	CC6	冷凝器
510	来自 V2 的顶部产物	V2	分离器
511	来自 V2 的底部流出物	C3	冷却器
513	来自 D2 的水相	D2	倾析器
514	来自 D2 的有机相	H3	预热器
515	来自 D3 的水相	T2	蒸馏塔
516	来自 D3 的有机相	AT	提馏段
518	在 T2 顶部移出的气相	VT1	上部精馏段
519	来自 T2 的通过 CC2 后的顶部产物	VT2	中间精馏段
520	来自 V3 的底部流出物	Hv1	蒸发器
521	来自 V3 的顶部产物	C4	冷却器
522	来自 T2 的侧线采出的苯胺物流	CC3	冷凝器
523	通过 C4 后的来自 T2 的侧线采出的苯胺物流	V3	分离器
524	至蒸发器 Hv1 的循环物流	D3	倾析器
525	自 T2 排出的底部流出物	T3	水汽提塔
528	来自 T3 的顶部产物(苯胺-水共沸混合物)	Hv2	蒸发器
529	至蒸发器 Hv2 的循环物流	C5	冷却器
530	从 T3 排出的底部流出物	CC4	冷凝器
531	通过 C5 后的 330		
538	通过 CC6 后的 51		
539	碱性水溶液		

[0084]

540	结合的物流 514 和 539		
541	通过 H3 后的 540		

[0085] 使用以下条件：

[0086] CC6 下游的气体(物流 538)温度：60° C

[0087] T2 上部精馏段的理论塔板数：10

[0088] T2 中间精馏段的理论塔板数： 9

[0089] T2 较低提馏段的理论塔板数： 12

[0090] 在该步骤中,粗苯胺物流 51 不经历分级冷凝而是在冷凝器 CC2 中以一步尽可能完全冷凝(多于 95% 的苯胺)。将如此获得的过程产物(511——本方法的“完全冷凝物”)通入分离器 V2 中以使未冷凝的部分循环至加氢过程(经由物流 510)。在 C3 中将全部的冷凝粗产物进一步冷却且然后在倾析器 D2 中进行相分离。将氢氧化钠溶液(539)加入到如此获得的有机相 514 中。如此获得的含 NaOH 的过程产物 540 在通过预热器 H3 后,通入 AT 和 VT1 (物流 541)之间的蒸馏塔 T2。苯胺(物流 522)作为侧线物流在 VT2 和 VT2 之间采出且将其一部分再次回送至塔中。未被再次回送的馏分在 C4 中冷却,伴随着蒸汽的形成,并作为纯的苯胺物流 523 回收。调节底部产物(物流 524)的质量流量以使在 T2 的底部没有苯酚盐沉淀。将从 T2 中移出的气相(物流 518)在 CC3 中冷却至 55°C 然后通入用于分离气体和液体的装置(V3)中。废气(物流 521)进料至燃烧工序。V3 的液相在倾析器 D3 中分离成富含苯胺的相和富含水的相。富含苯胺的相被引入塔 T2 的顶部(516)。将来自 D2 (物流 13)和 D3 (物流 15)的富含水的相通入水汽提塔(T3),所述汽提塔将其分离成含有少于 100ppm 苯胺的水物流(529)和水-苯胺共沸混合物(528)。水-苯胺共沸混合物(528)在 CC4' (V)中冷凝,并被进料至 D3(V)中。结果总结于表 7:

[0091] 表 7:实施例 1 中物流的组成以及所需能量输入

[0092]

	物流 ^[a]		
	510	523	525
总质量流量	10506 kg/h	16935 kg/h	736 kg/h
不可凝气体	71.42%	0.00%	0.00%
低沸物	3.29%	75.4 ppm	0.0 ppm

[0093]

水	21.29%	0.09%	0.00%
苯胺	4.00%	99.90%	93.42%
苯酚和苯酚钠的总和	9.1 ppm	0.0 ppm	2.50%
高沸物	0.00%	0.0 ppm	4.08%
温度	60°C	40°C	144°C
T2 所需的能量输入	5125 kW		
T3 所需的能量输入	3103 kW		

[0094] [a] 以 % 和 ppm 计的含量总为质量用量。

[0095] 可以看出,该步骤涉及将全部苯胺再次蒸发以将其从高沸物中分离。还必须接受经由物流 525 的大量的苯胺损失以避免苯酚盐在 Hv1 中沉淀。T2 中的能量输入比 D3 中的

能量输入更高。这是特别不利的,因为操作 T2 比操作 T3 需要更高压力的蒸汽。T2 和 T3 所需的总能量输入非常高——为 8228kW。

[0096] 实施例 2(根据本发明:两个冷凝步骤,在每种情况下在蒸馏前进行碱萃取。ASPEN 模拟)

[0097] 该模拟基于在图 2 和上文中已经更详细解释的方法的变化方案而进行。CC1 中的冷凝液的 45% 作为物流 5 通入洗涤器 T1 中。使用以下条件:

[0098] CC1 下游的气体(物流 24)温度: 118° C

[0099] T1 中的理论塔板数: 6

[0100] T2 上部精馏段的理论塔板数: 10

[0101] T2 中间精馏段的理论塔板数: 10

[0102] T2 较低提馏段的理论塔板数: 11

[0103] CC2 中的温度: 60° C

[0104] 结果总结于表 8。

[0105] 表 8:实施例 2 中物流的组成和所需的能量输入

[0106]

	物流 ^[a]		
	210	223	225
总质量流量	9980 kg/h	17679 kg/h	62 kg/h
不可凝气体	75.17%	0.00%	0.00%

[0107]

低沸物	3.80%	20.2 ppm	0.0 ppm
水	17.71%	0.09%	0.00%
苯胺	3.32%	99.90%	51.42%
苯酚和苯酚钠的总和	9.1 ppm	4.2 ppm	0.11%
高沸物	0.00%	1.7 ppm	48.47%
温度	60°C	40°C	156°C
T2 所需的能量输入	1673 kW		
T3 所需的能量输入	3251 kW		

[0108] [a] 以 % 和 ppm 计的含量总是为质量用量

[0109] 可以看出,本发明方法的使用引起 T2 中显著降低的能量消耗以及显著降低的经由物流 225 的苯胺损失。T2 和 T3 中的总能量消耗仅为 4924kW,而对比实施例中的总能量消耗为 8228kW。产物质量区别仅在于产物中可能存在微量的苯酚盐,但是其仍为可接受的含量。以下实施例示出了如何可将所述微量值降低至无关紧要的值。

[0110] 实施例 3(根据本发明,两个冷凝步骤,在每种情况下在蒸馏前进行碱萃取以及中

性洗涤。ASPEN 模拟)

[0111] 该模拟基于图 3 和上文已经解释的方法的变化方案而进行。其他条件与实施例 2 相同。结果总结于表 9。

[0112] 表 9 : 实施例 3 中物流的组成以及所需的能量输入

[0113]

	物流 ^[a]		
	310	323	325
总质量流量	9980 kg/h	17679 kg/h	62 kg/h
不可凝气体	75.17%	0.00%	0.00%
低沸物	3.80%	19.0 ppm	0.0 ppm
水	17.71%	0.09%	0.00%
苯胺	3.32%	99.90%	51.44%
苯酚和苯酚钠的总和	9.1 ppm	0.1 ppm	0.10%
高沸物	0.00%	1.7 ppm	48.47%
温度	60°C	40°C	156°C

[0114]

T2 所需的能量输入	1659 kW
T3 所需的能量输入	3332 kW

[0115] [a] 以 % 和 ppm 计的含量总是为质量用量

[0116] 可以看出, 纯的苯胺物流 323 目前基本上不含苯酚和苯酚盐杂质。T2 和 T3 中的总能量消耗仅为 4991kW, 而对比实施例中总能量消耗为 8228kW。

[0117] 实施例 4 (根据本发明, 两个冷凝步骤, 在每种情况下在蒸馏前进行碱萃取以及中性洗涤, 更小的蒸馏塔。ASPEN 模拟)

[0118] 该模拟同样基于图 3 所述的方法进行。在该实施例中, 塔 T2 具有较少的塔板。

[0119] T2 上部精馏段的理论塔板数 :9

[0120] T2 中间精馏段的理论塔板数 :6

[0121] T2 较低提馏段的理论塔板数 :2

[0122] 其余参数与实施例 3 相同。

[0123] 该实施例的背景为显示出 T2 的塔板数是可变的, 其可以被优化。本发明的方法特别可使塔板数降低并且因此也可以降低产量和固定成本。

[0124] 结果总结于表 10。

[0125] 表 10 : 实施例 4 中物流的组成以及所需的能量输入

[0126]

	物流 ^[a]		
	310	323	325
总质量流量	9980 kg/h	17679 kg/h	62 kg/h
不可凝气体	75.17%	0.00%	0.00%
低沸物	3.80%	19 ppm	0.5 ppm
水	17.71%	0.09%	0.00%
苯胺	3.32%	99.90%	51.46%
苯酚和苯酚钠的总和	9.1 ppm	0.1 ppm	0.09%
高沸物	0.00%	0.8 ppm	48.44%
温度	60°C	40°C	156°C
T2 所需的能量输入	1659 kW		

[0127]

T3 所需的能量输入	3333 kW
------------	---------

[0128] [a] 以 % 和 ppm 计的含量总是为质量用量

[0129] 可以看出,较少的塔板数完全足够。与实施例 3 相比,在纯苯胺物流 323 中的高沸物的含量甚至降低。T2 和 T3 中的总能量消耗仅为 4992kW,而对比实施例中总能量消耗为 8228kW。

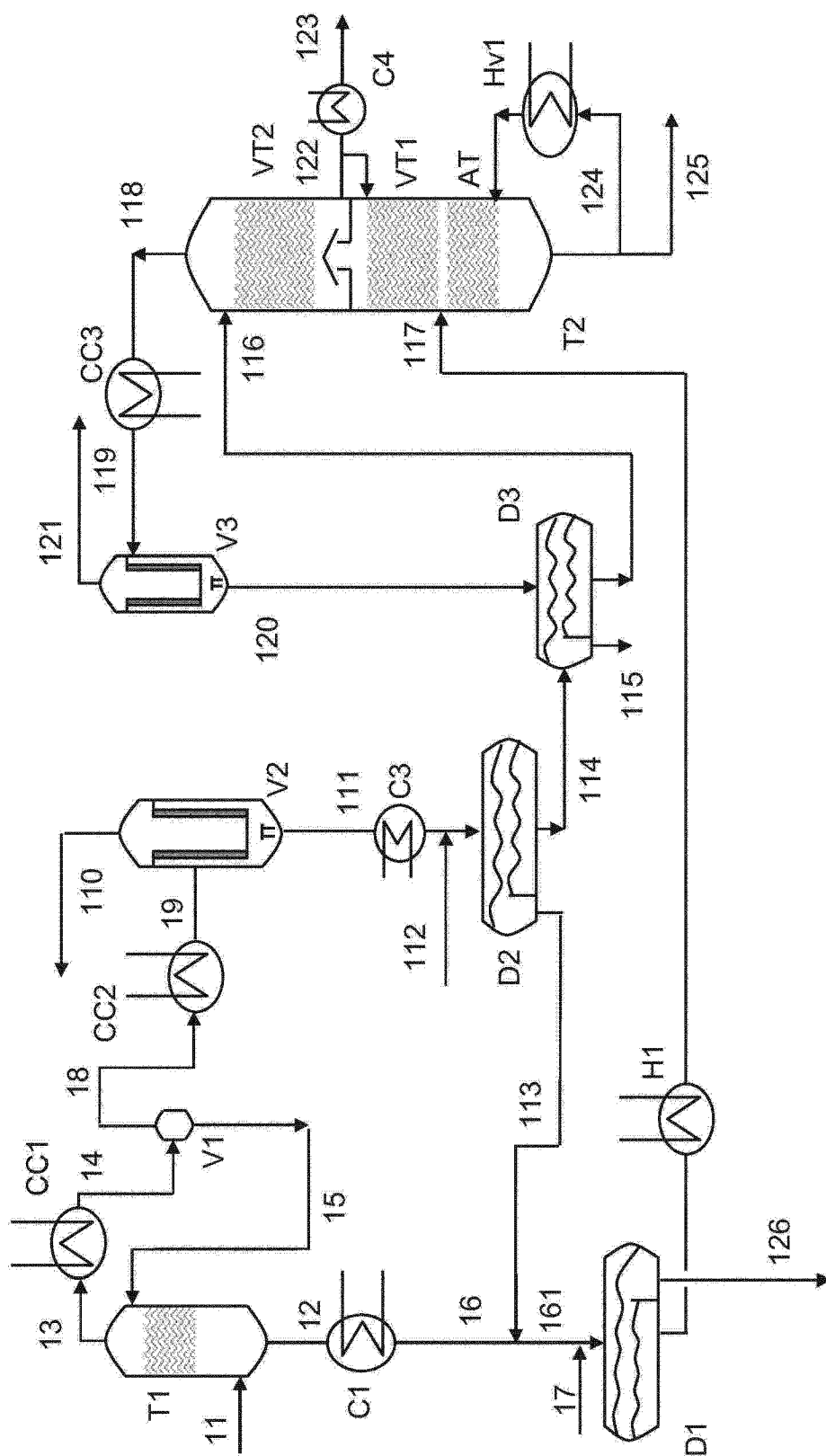


图 1

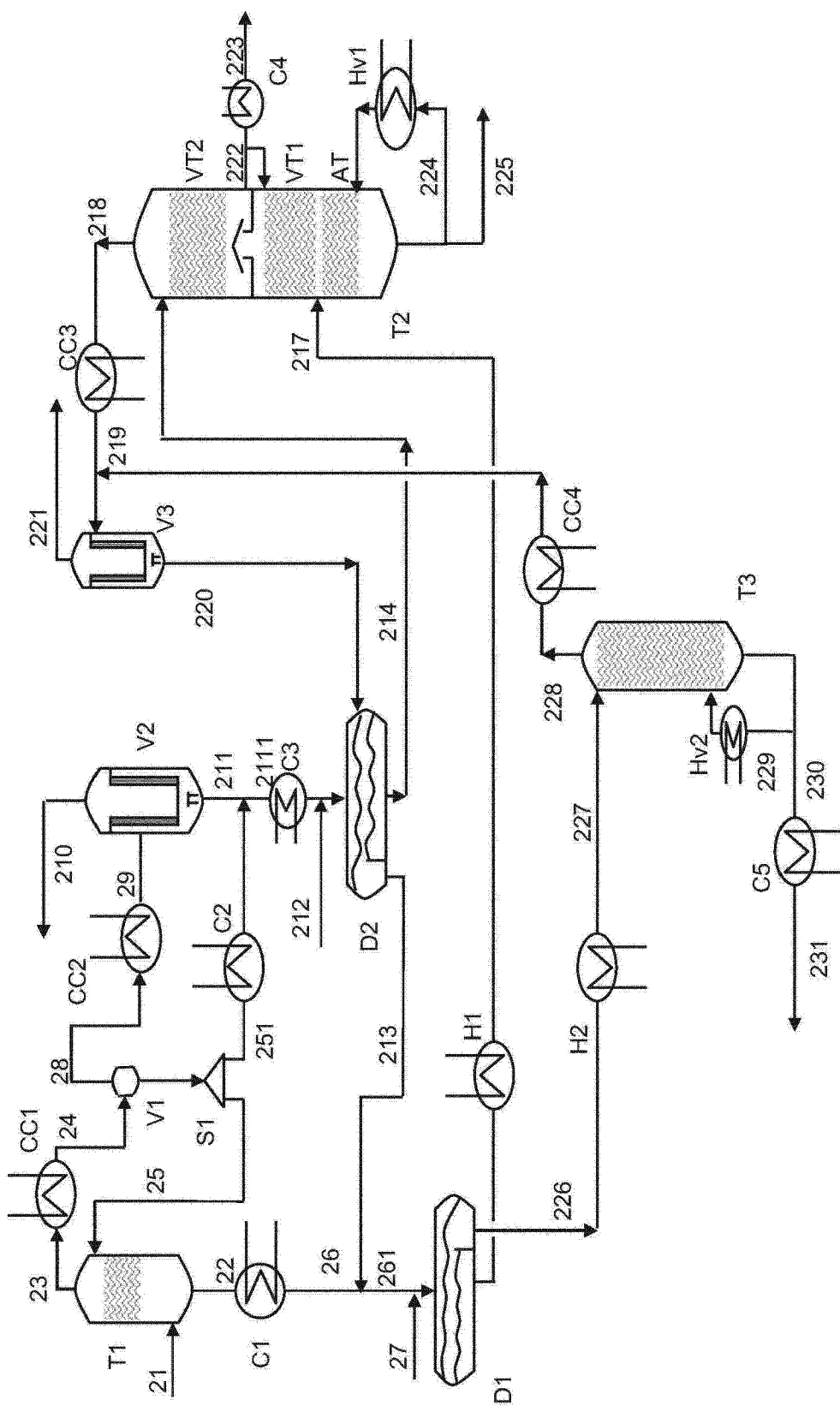


图 2

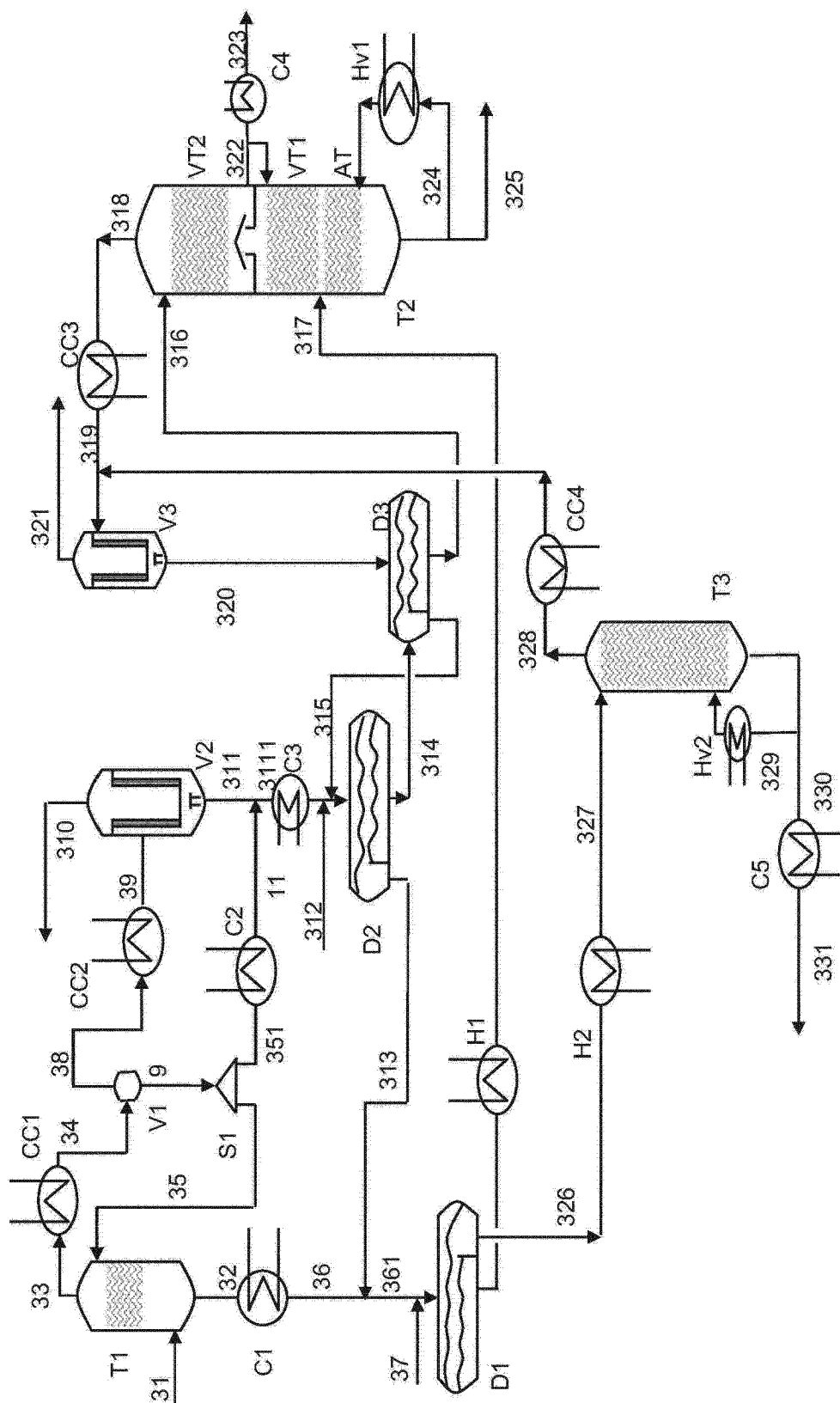


图 3

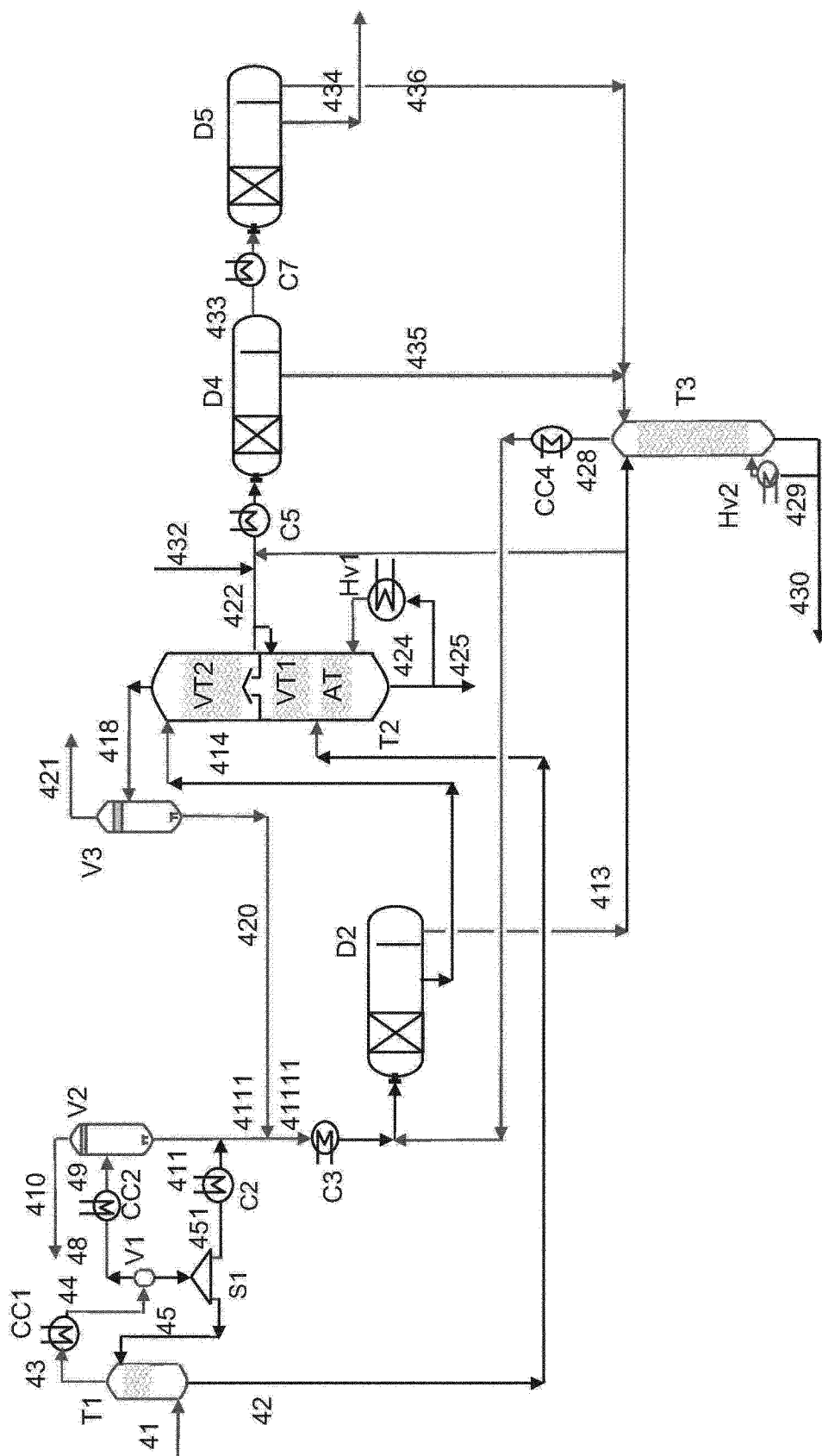


图 4

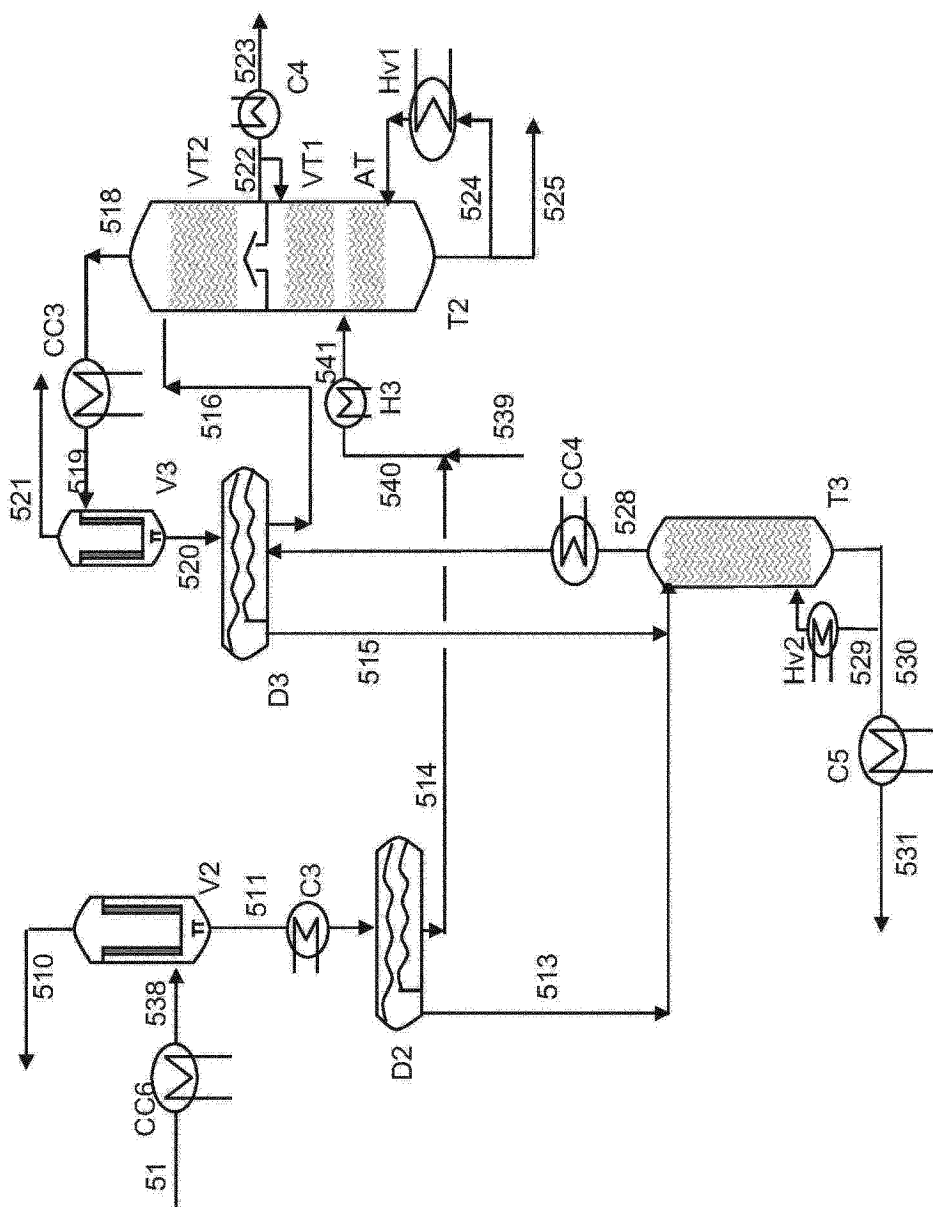


图 5