(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106267864 B
(45)授权公告日 2018.11.27

(21)申请号 201610994926.6

(22)申请日 2016.11.11

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 106267864 A

(43)申请公布日 2017.01.04

(73)专利权人 中国天辰工程有限公司
地址 300400 天津市北辰区京津路1号
专利权人 天津天辰绿色能源工程技术研发有限公司

(72)发明人 刘晶 闫伟 王聪 赵敏伟 赵丽丽 张二涛 刘增坤 何勇 龚剑 张梦娣 梁军湘 李荣 杨克俭

(74)专利代理机构 天津滨海科纬知识产权代理有限公司 12211
代理人 李莎

(51)Int.Cl.
*B01D 1/00*(2006.01)
*B01D 1/30*(2006.01)
*C07C 253/34*(2006.01)
*C07C 255/04*(2006.01)

审查员 李雪犁

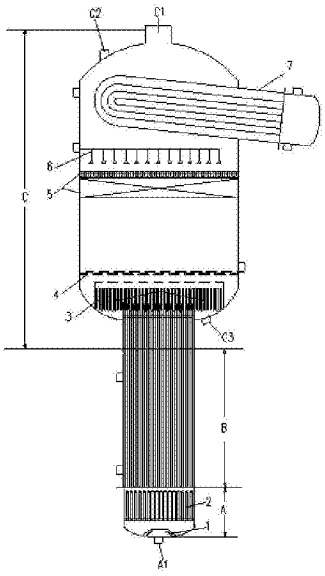
权利要求书1页 说明书4页 附图3页

(54)发明名称

一种用于己二腈精制的高效蒸发器及己二腈精制工艺

(57)摘要

本发明的高效蒸发器在分布段采用了一次分布和二次分布结合的高效分布措施，从而保证了重残液在加热段的充分分布；在加热段出口采用了高效收集措施，有效的防止了重残液的返混；在分离段采用了除沫结构，防止液体夹带；另外，整个蒸发器的设计能够保证了设备可在高真空度下进行操作，且所使用的高效蒸发器不涉及传动部件，为静设备，从而减少了从传动部件漏气的可能性，进而保证了蒸发器的高真空度。




CN 106267864 B

1.一种用于己二腈精制的高效蒸发器，其特征在于，设备主体包括由下至上顺次连接的分布段、加热段和分离段；

所述分布段下部设有原料液进口，所述分布段内设有一次分布单元和二次分布单元；所述一次分布单元包括与原料液进口连通的内凸壳体，所述内凸壳体外围设有均匀分布的气体通孔，所述二次分布单元包括设有若干射孔的导流筒；

所述分离段上部设有己二腈气体出口，其下部设有重残液出口，其内部设有加热单元和收集单元，所述收集单元包括液体收集挡板和位于所述液体收集挡板周围的气体通道。

2.根据权利要求1所述的一种用于己二腈精制的高效蒸发器，其特征在于，所述加热单元包括固设于所述分离段壳体内壁上的加热盘管。

3.根据权利要求1所述的一种用于己二腈精制的高效蒸发器，其特征在于，所述分离段还设有分散单元，所述分散单元为双层挡板，该双层挡板上的开孔错位设置。

4.根据权利要求1所述的一种用于己二腈精制的高效蒸发器，其特征在于，所述分离段还设有除沫单元，所述除沫单元包括填料层和位于所述填料层上的双层丝网，所述丝网由不锈钢金属纤维丝制成。

5.根据权利要求1所述的一种用于己二腈精制的高效蒸发器，其特征在于，所述分离段还设有喷淋单元，所述喷淋单元包括若干并行设置的喷淋管和位于所述喷淋管末端的喷头。

6.根据权利要求4所述的一种用于己二腈精制的高效蒸发器，其特征在于，所述加热单元包括加热盘管和二次加热器，所述加热盘管固设于所述分离段壳体内壁上，所述二次加热器位于所述双层丝网上方。

7.根据权利要求1所述的一种用于己二腈精制的高效蒸发器，其特征在于，还设有补氮气口，所述补氮气口设于所述分离段壳体上部。

8.使用权利要求1-7任一所述的高效蒸发器进行己二腈精制的工艺，其特征在于，具体步骤如下：由己二腈二步氰化而来的粗氰化液通过精馏塔进行己二腈和重组分的初步分离，塔顶的己二腈进入后续工序进行精制除杂，塔底的重残液经粗滤设备过滤后进入所述高效蒸发器进行己二腈和重残液的高效分离，分离所得己二腈进入后续工序精制除杂，所得重残液废液进入重残液罐。

9.根据权利要求8所述的一种己二腈精制的工艺，其特征在于，精馏塔操作温度控制在120～170℃，操作压力控制在-95kPag～120kPag。

10.根据权利要求9所述的一种己二腈精制的工艺，其特征在于，该工艺中利用N台所述高效蒸发器串联实现己二腈和重残液的分离，其中1≤N≤6，蒸发器操作温度140～190℃，操作压力-99.9kPag～110kPag。

# 一种用于己二腈精制的高效蒸发器及己二腈精制工艺

## 技术领域

[0001] 本发明属于化工生产工艺技术领域，具体涉及一种用于己二腈精制的高效蒸发器及己二腈精制工艺。

## 背景技术

[0002] 己二腈(ADN)是一种无色透明的油状液体，主要用于还原生成己二胺，己二胺与己二酸发生中和反应生成尼龙66盐，这是己二腈迄今为止最重要的工业用途。己二腈也可用于火箭燃料、电镀工业、洗涤添加剂和杀虫剂等发面。目前我国己二腈主要依赖进口，随着近年来我国尼龙66产业的快速发展，己二腈的需求量逐渐增大，但是作为生成尼龙66盐中间体己二胺的重要原料，国内企业尚无生产能力完全依赖进口。因此，己二腈生产工艺的国产化对我国尼龙66产业的发展有着至关重要的意义。在戊烯腈氢氰化生产己二腈的工艺中，己二腈二步氰化反应会产生少量过度氰化的高粘度、高熔点重残液，如何高效率从重残液中分离回收出己二腈产品，防止从重残液回收己二腈的过程中出现重残液结焦，是制约戊烯腈氢氰化合成己二腈工艺的重要因素。本专利利用精馏工艺组合新型高效蒸发器工艺实现了对己二腈的回收操作，此外，通过对回收工艺的优化，可以在多种不同重残液组成下实现己二腈的高效分离回收。

## 发明内容

[0003] 本发明的目的在于提供一种用于己二腈精制的高效蒸发器，设备主体包括由下至上顺次连接的分布段、加热段和分离段；

[0004] 所述分布段设有原料液进口，所述分布段内设有一次分布单元和二次分布单元；所述一次分布单元包括与原料液进口连通的内凸壳体，所述内凸壳体外围设有均匀分布的气体通孔，所述二次分布单元包括设有若干射孔的导流筒；

[0005] 其中，所述气体通孔优选为条形孔，该条形孔在所述内凸壳体外围360°环向分布，相邻两个条形孔间距2～12mm，孔径3～8mm；

[0006] 其中，所述导流筒的优选结构包括底盘和固设于所述底盘上的若干细管，所述导流筒的直径为15～25mm，所述细管顶端设有射孔，该射孔孔径1～3mm；

[0007] 所述分离段上部设有己二腈气体出口，其下部设有重残液出口，其内部设有加热单元和收集单元，所述收集单元包括液体收集挡板和位于所述液体收集挡板周围气体通道；优选地，其中液体收集挡板为伞状结构，所述气体通道为若干通管。

[0008] 在一些实施例中，所述加热单元包括固设于所述分离段壳体内壁上的加热盘管。

[0009] 在一些实施例中，所述分离段还设有分散单元，所述分散单元为双层挡板，该双层挡板上的开孔错位设置。

[0010] 在一些实施例中，所述分离段还设有除沫单元，所述除沫单元包括填料层和位于所述填料层上的双层丝网，所述丝网由不锈钢金属纤维丝制成。

[0011] 在一些实施例中，所述分离段还设有喷淋单元，所述喷淋单元包括若干并行设置

的喷淋管和位于所述喷淋管末端的喷头。

[0012] 在一些实施例中，所述加热单元包括加热盘管和二次加热器，所述加热盘管固设于所述分离段壳体内壁上，所述二次加热器位于所述双层丝网上方。

[0013] 在一些实施例中，还设有补氮气口，所述补氮气口设于所述分离段壳体上部。

[0014] 本发明还保护一种使用上述高效蒸发器进行己二腈精制的工艺，具体步骤如下：由己二腈二步氰化而来的粗氰化液通过精馏塔进行己二腈和重组分的初步分离，塔顶的己二腈进入后续工序进行精制除杂，塔底的重残液经粗滤设备过滤后进入所述高效蒸发器进行己二腈和重残液的高效分离，分离所得己二腈进入后续工序精制除杂，所得重残液废液进入重残液罐。

[0015] 其中，精馏塔操作温度控制在120～170℃，操作压力控制在-95kPag～120kPag。

[0016] 其中，该工艺中利用N台所述高效蒸发器串联实现己二腈和重残液的分离，其中1≤N≤6，蒸发器操作温度140～190℃，操作压力-99.9kPag～110kPag。

[0017] 本发明的优点是：该高效蒸发器在分布段采用了一次分布和二次分布结合的高效分布措施，从而保证了重残液在加热段的充分分布；在加热段出口采用了高效收集措施，有效的防止了重残液的返混；在分离段采用了除沫结构，防止液体夹带；另外，整个蒸发器的设计能够保证了设备可在高真空度下进行操作，且所使用的高效蒸发器不涉及传动部件，为静设备，从而减少了从传动部件漏气的可能性，进而保证了蒸发器的高真空度。

## 附图说明

[0018] 图1为本发明己二腈精制的工艺流程图；

[0019] 图2为本发明高效蒸发器的内部结构示意图；

[0020] 图3为本发明高效蒸发器中分布段的结构示意图；

[0021] 图4为本发明高效蒸发器中分离段的结构示意图。

[0022] 图中：A、分布段，B、加热段，C、分离段，A1、原料液进口，C1、己二腈气体出口，C2、补氮气口，1、一次分布单元，11、内凸壳体，12、条形孔，2、二次分布单元，21、底盘，22、细管，23、射孔，3、收集单元，31、液体收集挡板，32、通管，4、分散单元，41、滤板，42、滤孔，5、除沫单元，51、填料层，52、丝网，6、喷淋单元，61、喷淋管，62、喷头，7、二次加热器。

## 具体实施方式

[0023] 为了使本发明实现的技术手段、创作特征、达成目的与功效易于明白了解，下面对本发明的具体实施方式作进一步说明，但不限定本发明的保护范围。

[0024] 首先针对本发明的具体操作流程，结合附图加以说明：

[0025] 如图2-4所示，一种用于己二腈精制的高效蒸发器，设备主体包括由下至上顺次连接的分布段A、加热段B和分离段C，所述分布段与所述加热段间，以及加热段与分离段间均为法兰连接；

[0026] 所述分布段A底部设有原料液进口A1，所述分布段A内设有一次分布单元1和二次分布单元2，所述一次分布单元1包括与原料液进口连通的内凸壳体11，所述内凸壳体11外围设有均匀分布的条形孔12，该条形孔12在所述内凸壳体外围360°环向分布，相邻两个条形孔间距10mm，孔径5mm；所述二次分布单元2为一导流筒，该导流筒包括底盘21和固设于所

述底盘上的若干细管22，导流筒的直径为19mm，所述细管顶端设有射孔23，该射孔的孔径为2mm；

[0027] 所述分离段C上部设有己二腈气体出口C1和补氮气口C2，其下部设有重残液出口C3，其内部设有由下至上设置的收集单元3、分散单元4、除沫单元5、喷淋单元6和二次加热器7，另外，所述分离段C壳体内壁上还设有加热盘管；所述收集单元3包括伞状液体收集挡板31和位于所述液体收集挡板31周围的供气体通过的通管32；所述分散单元4为双层挡板41，该双层挡板41上的开孔42错位设置；所述除沫单元5包括填料层51和位于所述填料层51上的双层丝网52，所述丝网52由不锈钢金属纤维丝制成；所述喷淋单元6包括若干并行设置的喷淋管61和位于所述喷淋管末端的喷头62。

[0028] 己二腈在上述高效蒸发器中的精制的工艺流程如下：含有己二腈的原料液经由原料液进口进入分布段，在一次分布单元进行预分散形成小股液流，在二次分布单元进行深度分散形成均匀细流，之后进入加热段加热得到气液混合物，该气液混合物继而进入分离段，其中的液体在收集单元得到聚集，并由重残液出口排出蒸发器，其中的气体经由收集单元、分散单元、除沫单元和二次加热器，最终由己二腈气体出口排出。

[0029] 上述己二腈的具体精制过程如下，含有己二腈的原料液经由原料液进口进入内凸壳体，之后由内凸壳体上的条形孔喷出进入细管内，之后由细管顶部的射孔喷出进入加热段加热，在加热段形成的气液混合物在收集单元得到气液分离，其中的液体在伞状液体收集挡板处得到集聚，并由重残液出口排出蒸发器，其中的气体经由通管上升，之后通过焊接在分离段的双层挡板进一步分离液体并进行气体再分布，之后通过填料层、双层丝网后最终由己二腈气体出口排出；

[0030] 需要说明的是：(1)上述己二腈的精制过程中，分离单元由加热盘管和二次加热器供热，其中加热盘管用于防止气液分离段内己二腈气体冷凝，二次加热器可对除沫单元收集的气沫进行加热，将其中微量的未能完全气化的己二腈气化完全后通过己二腈气体出口排出；(2)在精制过程或精制过程的间隙中，喷淋单元可喷淋高温溶剂用以清理粘附于除沫单元以及设备内壁上的高粘度重残液，防止重残液结焦；(3)补氮气口用于破真空以及停车时进行系统保护使用。

[0031] 如图1所示，一种使用上述高效蒸发器进行己二腈精制的工艺，具体步骤如下：由己二腈二步氰化而来的粗氰化液通过精馏塔进行己二腈和重组分的初步分离，塔顶的己二腈进入后续工序进行精制除杂，塔底的重残液经粗滤设备过滤后进入所述高效蒸发器进行己二腈和重残液的高效分离，分离所得己二腈进入后续工序精制除杂，所得重残液废液进入重残液罐。

[0032] 其中，精馏塔操作温度控制在120～170℃，操作压力控制在-95kPag～120kPag。

[0033] 其中，该工艺中利用N台所述高效蒸发器串联实现己二腈和重残液的分离，其中1≤N≤6，蒸发器操作温度140～190℃，操作压力-99.9kPag～110kPag，有效防止蒸发器内重残液的结焦。

[0034] 实施例1

[0035] 来自己二腈二步氰化工序的粗氰化液以50332kg/h进入精馏塔，以质量百分比计，塔顶中含有75～90％的己二腈，副产物含量10～25％，重残液含量0％，塔底重残液含量100％。从精馏塔底部出来的重残液经粗滤设备分离固体杂质，然后进入高效蒸发器；高效

蒸发器操作温度控制在140～190℃，操作压力控制在-99.9kPag～110kPag，分离所得己二腈从蒸发器顶部得到回收，所得重残液废液进入重残液罐；

[0036] 通过取样分析测定蒸发器顶回收100％纯度的己二腈6254kg/h；该蒸发器底部得到重残液废液1563kg/h。

[0037] 实施例2

[0038] 来自己二腈二步氰化工序的粗氰化液以50332kg/h进入精馏塔，以质量百分比计，塔顶中含有65～80％的己二腈，副产物含量20～35％，重残液含量0％，塔底重残液含量100％。从精馏塔底部出来的重残液经粗滤设备分离固体杂质，然后进入由两个串联的高效蒸发器形成的高效蒸发系统；两个高效蒸发器操作温度均控制在145～170℃，操作压力控制在-99.9kPag～110kPag，分离所得己二腈从蒸发器顶部得到回收，所得重残液废液进入重残液罐；

[0039] 通过取样分析测定最后一个蒸发器顶回收100％纯度的己二腈5248kg/h；该蒸发器底部得到重残液废液2632kg/h。

[0040] 实施例3

[0041] 来自己二腈二步氰化工序的粗氰化液以50332kg/h进入精馏塔，以质量百分比计，塔顶中含有65～80％的己二腈，副产物含量20～35％，重残液含量0％，塔底重残液含量100％。从精馏塔底部出来的重残液经粗滤设备分离固体杂质，然后进入由三个串联的高效蒸发器形成的高效蒸发系统；三个高效蒸发器操作温度均控制在145～170℃，操作压力控制在-99.9kPag～110kPag，分离所得己二腈从蒸发器顶部得到回收，所得重残液废液进入重残液罐；

[0042] 通过取样分析测定最后一个蒸发器顶回收100％纯度的己二腈5431kg/h；该蒸发器底部得到重残液废液2487kg/h。

[0043] 以上对本发明创造的一个实施例进行了详细说明，但所述内容仅为本发明创造的较佳实施例，不能被认为用于限定本发明创造的实施范围。凡依本发明创造申请范围所作的均等变化与改进等，均应仍归属于本发明创造的专利涵盖范围之内。

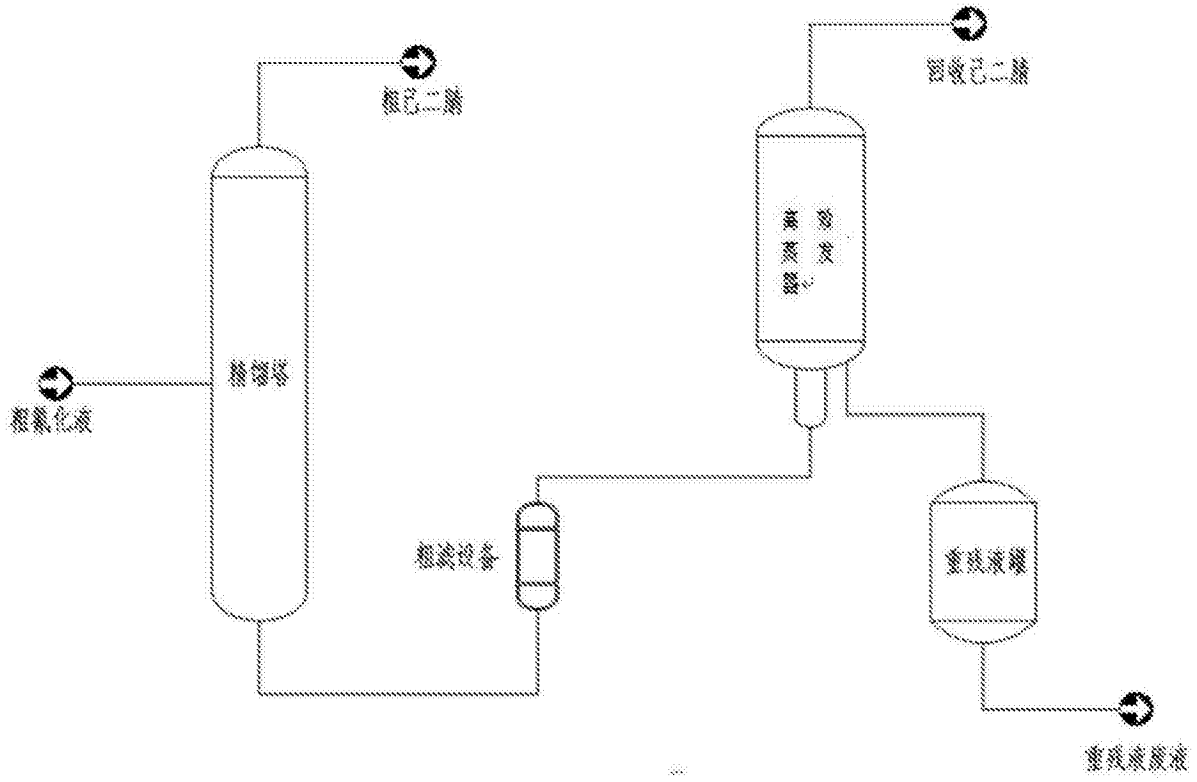


图1

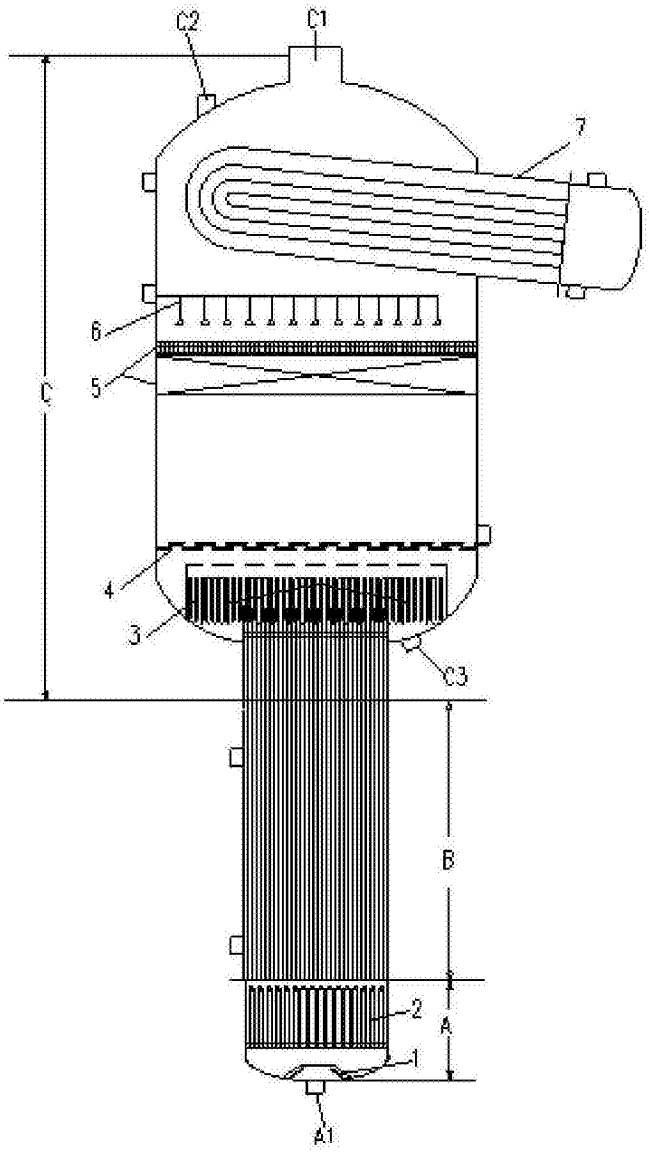



图2

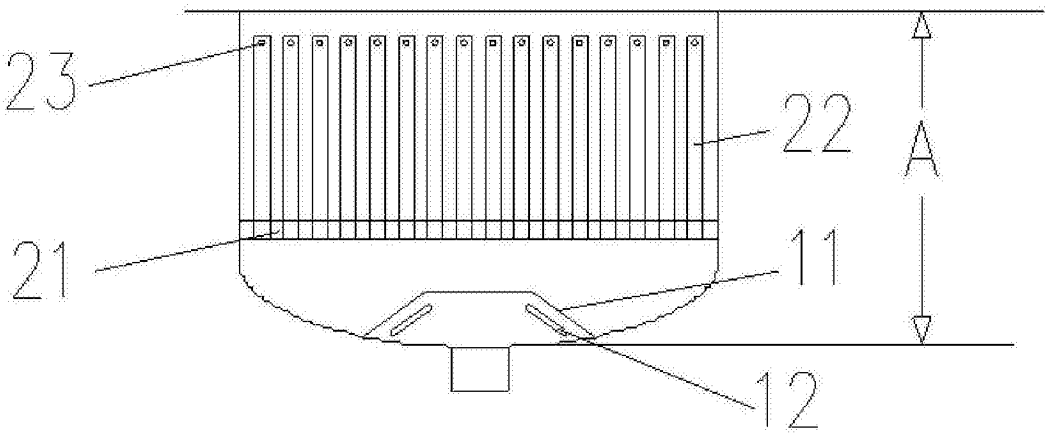



图3

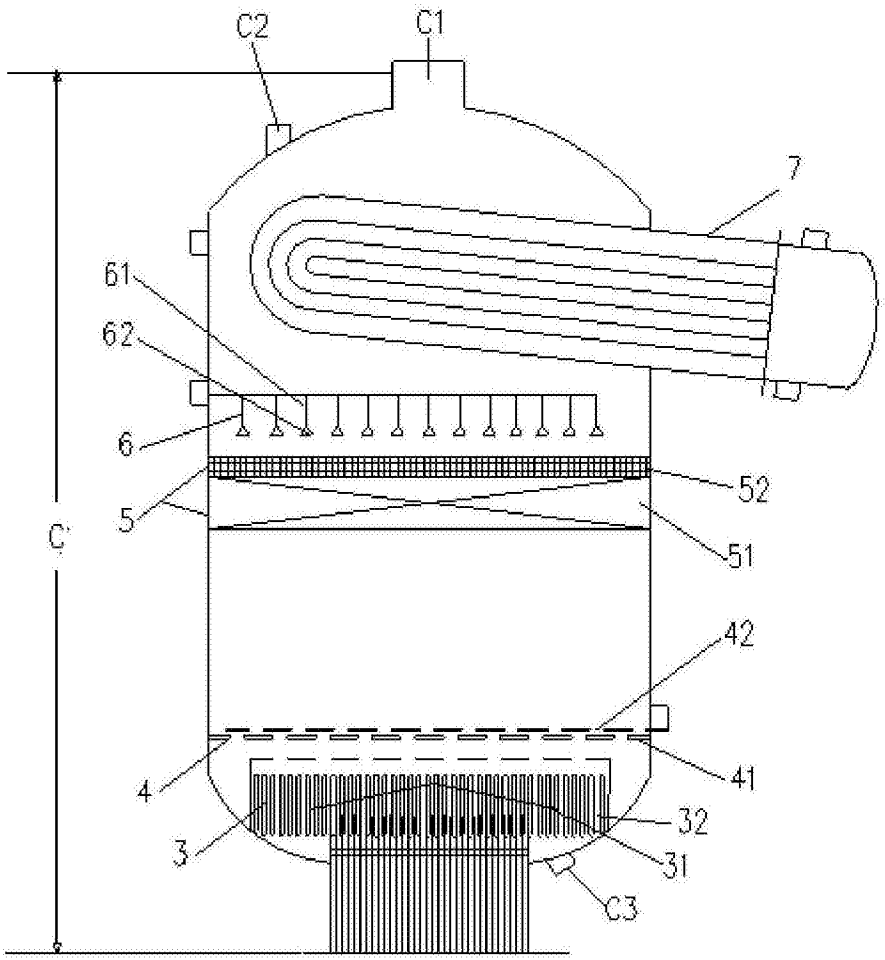



图4