



# (12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110563754 B

(45) 授权公告日 2022. 08. 16

(21) 申请号 201910715455.4

(22) 申请日 2019.08.05

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 110563754 A

(43) 申请公布日 2019.12.13

(73) 专利权人 潜江宜生新材料有限公司

地址 433100 湖北省潜江经济开发区盐化  
一路西特1号

(72) 发明人 刘寒迁 杜启明 李进红 张明义

(74) 专利代理机构 武汉经世知识产权代理事务

所(普通合伙) 42254

专利代理师 张淼超

(51) Int. Cl.

C07F 7/18 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 102924504 A, 2013.02.13

CN 109320541 A, 2019.02.12

CN 101362776 A, 2009.02.11

审查员 张洁

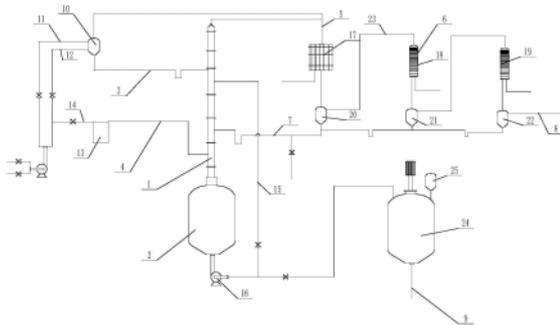
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

## (54) 发明名称

一种用于生产氯甲基三乙氧基硅烷的醇解反应系统

## (57) 摘要

本发明涉及硅烷偶联剂生产技术领域,公开了一种用于生产氯甲基三乙氧基硅烷的醇解反应系统,包括有:醇解反应塔,醇解反应塔与反应釜上部相通,所述醇解反应塔上设置有混合进料管、汽化进料管,醇解反应塔顶部设置有尾气导出管,所述尾气导出管连接有多个冷凝机构,多个冷凝机构的冷凝液通过冷凝回收管通入醇解反应塔,多个冷凝机构未冷凝的气体通过除酸管道进入尾气去酸吸收塔,反应釜连接出料管。本发明提高了产物氯甲基三乙氧基硅烷的纯度,产能高,生产效率高。



1. 一种用于生产氯甲基三乙氧基硅烷的醇解反应方法,其特征在于:包括有醇解反应塔(1),醇解反应塔(1)与反应釜(2)上部相连通,所述醇解反应塔(1)上设置有混合进料管(3)、汽化进料管(4),醇解反应塔(1)顶部设置有尾气导出管(5),所述尾气导出管(5)连接有多级冷凝机构(6),多级冷凝机构(6)的冷凝液通过冷凝回收管(7)通入醇解反应塔(1),多级冷凝机构(6)未冷凝的气体通过除酸管道(8)进入尾气去酸吸收塔,反应釜(2)连接出料管(9),还包括有预反应器(10),预反应器(10)上设置有一氯进料管(11)和第一乙醇进料管(12),预反应器(10)的出料口与混合进料管(3)相连,所述预反应器(10)顶端连接有所述尾气导出管(5),还包括有再沸器(13),再沸器(13)一端连接第二乙醇进料管(14),另一端连接所述汽化进料管(4),还包括产物循环管(15),所述产物循环管(15)一端通过液压泵(16)连接反应釜(2)的出料口,另一端与醇解反应塔(1)相连,多级冷凝机构(6)包括一级冷凝器(17)、二级冷凝器(18)、三级冷凝器(19)、一级冷凝罐(20)、二级冷凝罐(21)、三级冷凝罐(22)和气体管道(23),所述气体管道(23)依次连接有一级冷凝器(17)、一级冷凝罐(20)、二级冷凝器(18)、二级冷凝罐(21)、三级冷凝器(19)、三级冷凝罐(22)和除酸管道(8),所述一级冷凝罐(20)、二级冷凝罐(21)和三级冷凝罐(22)的冷凝液通过冷凝回收管(7)通入醇解反应塔(1)的下部,所述混合进料管(3)、产物循环管(15)均连接醇解反应塔(1)的上部,第一乙醇进料管(12)连接醇解反应塔(1)的下部,沿竖直方向,所述产物循环管(15)位于混合进料管(3)的下方,所述产物循环管(15)位于冷凝回收管(7)的上方。

2. 根据权利要求1所述的一种用于生产氯甲基三乙氧基硅烷的醇解反应方法,其特征在于:所述反应釜(2)的出料口通过管道还连接有中和釜(24),中和釜(24)的中和进料口上设置有镁粉罐(25)。

3. 根据权利要求1所述的一种用于生产氯甲基三乙氧基硅烷的醇解反应方法,其特征在于:醇解反应中一氯甲基三氯硅烷和乙醇的重量比为1:0.5~0.7。

4. 根据权利要求1所述的一种用于生产氯甲基三乙氧基硅烷的醇解反应方法,其特征在于:流经所述第一乙醇进料管(12)和流经所述第二乙醇进料管(14)中的乙醇的重量比为2:1。

## 一种用于生产氯甲基三乙氧基硅烷的醇解反应系统

### 技术领域

[0001] 本发明涉及硅烷偶联剂的生产技术领域,特别涉及一种用于生产氯甲基三乙氧基硅烷的醇解反应系统。

### 背景技术

[0002] 近年来,有机硅产品已成为人们发展生产和改善生活环境不可缺少的化工材料,其需求量也在成倍增长。氯甲基三乙氧基硅烷 $\text{ClCH}_2\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_3$ 与二乙胺反应生成二乙胺甲基三乙氧基硅烷,俗称ND-22,是化工产品中重要的硅烷偶联剂。

[0003] 现有技术中通常采用氯甲基三氯硅烷( $\text{ClCH}_2\text{SiCl}_3$ )乙醇醇解法制备氯甲基三乙氧基硅烷。此法在反应过程中会副产大量的氯化氢(HCl)。HCl在氯甲基三乙氧基硅烷 $\text{ClCH}_2\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_3$ 中的溶解度极大,如不能及时排出,将不利于主反应的发生,严重影响产品的收率和质量。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种用于生产氯甲基三乙氧基硅烷的连续生产醇解反应系统,本发明的醇解反应系统中氯化氢与与氯甲基三乙氧基硅烷的分离效果效率高,氯甲基三乙氧基硅烷的产能高,纯度能达90%以上。

[0005] 本发明的上述技术目的是通过以下技术方案得以实现的:一种用于生产氯甲基三乙氧基硅烷的醇解反应系统,包括有:醇解反应塔,醇解反应塔与反应釜上部相连通,所述醇解反应塔上设置有混合进料管、汽化进料管,醇解反应塔顶部设置有尾气导出管,所述尾气导出管连接有多级冷凝机构,多级冷凝机构的冷凝液通过冷凝回收管通入醇解反应塔,多级冷凝机构未冷凝的气体通过除酸管道进入尾气去酸吸收塔,反应釜连接出料管。

[0006] 通过采用上述技术方案,醇解反应塔高度约10-20米,一氯甲基三氯硅烷能与乙醇在醇解反应塔中进行醇解反应,生成产物氯甲基三乙氧基硅烷和气体氯化氢,产物氯甲基三乙氧基硅烷沸点高,醇解反应塔的温度略高于乙醇的沸点,一方面能从下部通入的汽化的乙醇能将氯化氢气体吹离产物氯甲基三乙氧基硅烷,送入多级冷凝机构中处理,最后通过除酸管道进入尾气去酸吸收塔中处理,另一方面加快了醇解反应的反应速率;多级冷凝机构能将乙醇冷凝循环通入醇解反应塔中反应和汽化分离氯化氢,不断将氯化氢从氯甲基三乙氧基硅烷中分离出来,提高氯甲基三乙氧基硅烷的纯度。

[0007] 作为本发明的进一步设置:还包括有预反应器,预反应器上设置有一氯进料管和第一乙醇进料管,预反应器的出料口与混合进料管相连。

[0008] 通过采用上述技术方案,一氯甲基三氯硅烷和乙醇能先进行预混合并反应,提高后续的反应程度和反应速度。

[0009] 作为本发明的进一步设置:所述预反应器顶端连接有所述尾气导出管。

[0010] 通过采用上述技术方案,能先将一部分副产物氯化氢导出处理,减小副产物进入醇解反应塔中量,提高产物纯度,降低分离所耗费的成本。

[0011] 作为本发明的进一步设置:还包括有再沸器,再沸器一端连接第二乙醇进料管,另一端连接所述汽化进料管。

[0012] 通过采用上述技术方案,再沸器产生大量的温度较高的汽化乙醇,温度较高的汽化乙醇从醇解反应塔的下部进入,迅速上升,将产生的氯化氢迅速带离醇解反应塔,分离效率高。

[0013] 作为本发明的进一步设置:还包括产物循环管,所述产物循环管一端通过液压泵连接反应釜的出料口,另一端与醇解反应塔相连。

[0014] 通过采用上述技术方案,醇解反应塔中的回流的产物中包括氯甲基三乙氧基硅烷还有未反应的一氯甲基三氯硅烷,将产物循环反应,能将产物中的一氯甲基三氯硅烷充分反应,提高产物氯甲基三乙氧基硅烷中的含量。

[0015] 作为本发明的进一步设置:多级冷凝机构包括一级冷凝器、二级冷凝器、三级冷凝器、一级冷凝罐、二级冷凝罐、三级冷凝罐和气体管道,所述气体管道依次连接有一级冷凝器、一级冷凝罐、二级冷凝器、二级冷凝罐、三级冷凝器、三级冷凝罐和除酸管道,所述一级冷凝罐、二级冷凝罐和三级冷凝罐的冷凝液通过冷凝回收管通入醇解反应塔。

[0016] 通过采用上述技术方案,冷凝器仅将乙醇冷凝回收,氯化氢气体最后通入尾气去酸吸收塔中吸收,采用多级冷凝器和多级冷凝罐,能提高氯化氢气体与乙醇的分离程度,提高最后进入尾气去酸吸收塔中回收氯化氢的纯度,也减少氯化氢进入醇解反应塔中的含量。

[0017] 作为本发明的进一步设置:所述反应釜的出料口通过管道还连接有中和釜,中和釜的中和进料口上设置有镁粉罐。

[0018] 通过采用上述技术方案,反应釜中出料的产物最后再经过中和罐中将溶解的氯化氢中和吸收,最后再通过结晶析出等方式彻底除去产物氯甲基三乙氧基硅烷中溶解的氯化氢,保证产物氯甲基三乙氧基硅烷的纯度。

[0019] 作为本发明的进一步设置:所述混合进料管、产物循环管均连接醇解反应塔的上部,第一乙醇进料管连接醇解反应塔的下部。

[0020] 作为本发明的进一步设置:通入醇解反应系统中一氯甲基三氯硅烷和乙醇的重量比为1:0.5~0.7。

[0021] 作为本发明的进一步设置:流经所述第一乙醇进料管和流经所述第二乙醇进料管中的乙醇的重量比为2:1。

[0022] 本发明的有益效果是:在生产氯甲基三乙氧基硅烷时,一氯甲基三氯硅烷通过一氯进料管至预反应器中,一部分乙醇通过第一乙醇进料管进入预反应器与一氯甲基三氯硅烷发生自发的剧烈反应,反应的产物从上部进入醇解反应塔中,另一部分的乙醇通过第二乙醇进料管通过再沸器汽化后从下部进入醇解反应塔中。

[0023] 一氯甲基三氯硅烷与乙醇在常温常压下自发地发生醇解反应,反应剧烈,产物生成氯甲基三乙氧基硅烷和氯化氢气体,氯化氢在氯甲基三乙氧基硅烷中的溶解度较大,因此在醇解反应时需要及时将生成的氯化氢从氯甲基三乙氧基硅烷中分离。本发明中,一氯甲基三氯硅烷与乙醇先进入预反应器中进行混合和初步的预反应,然后进入醇解反应塔中进行充分反应,由再沸器中汽化的乙醇将反应生成的氯化氢气体及时带走进入尾气管道二中,再通过多级冷凝器将乙醇冷凝回收投入醇解反应塔中再进行汽化、分离氯化氢,多级冷

凝器中氯化氢气体未冷凝,通入尾气去酸吸收塔中进行回收利用。

[0024] 醇解反应塔中生成的产物氯甲基三乙氧基硅烷和未充分反应的一氯甲基三氯硅烷进入反应釜中,再通过液压泵输送至醇解反应塔的上部与乙醇继续充分反应,不断减少产物中一氯甲基三氯硅烷的含量,最终结合乙醇汽化带走氯化氢的连续循环分离作用,不断提纯产物氯甲基三乙氧基硅烷,最终使出料产物的纯度达到90%。

### 附图说明

[0025] 为了更清楚地说明本发明实施例中的技术方案,下面将对实施例描述中所需要使用的附图作简单地介绍,显而易见地,下面描述中的附图仅仅是本发明的一些实施例,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其他的附图。

[0026] 图1是本发明一种用于生产氯甲基三乙氧基硅烷的醇解反应系统一实施例的结构示意图。

[0027] 图中,1、醇解反应塔,2、反应釜,3、混合进料管,4、汽化进料管,5、尾气导出管,6、多级冷凝机构,7、冷凝回收管,8、除酸管道,9、出料管,10、预反应器,11、一氯进料管,12、第一乙醇进料管,13、再沸器,14、第二乙醇进料管,15、产物循环管,16、液压泵,17、一级冷凝器,18、二级冷凝器,19、三级冷凝器,20、一级冷凝罐,21、二级冷凝罐,22、三级冷凝罐,23、气体管道,24、中和釜,25、镁粉罐。

### 具体实施方式

[0028] 下面将结合附图以及具体实施例对本发明的技术方案进行清楚、完整地描述。显然,所描述的实施例仅仅是本发明的一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明的实施例,本领域普通技术人员在没有作出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0029] 参见图1,本发明提供一种用于生产氯甲基三乙氧基硅烷的醇解反应系统,包括有:醇解反应塔1,醇解反应塔1与反应釜2上部相连通,所述醇解反应塔1上部设置有混合进料管3、下部设置有汽化进料管4,其中,预反应器10上设置有一氯进料管11和第一乙醇进料管12,预反应器10的出料口与混合进料管3相连,再沸器13一端连接第二乙醇进料管14,另一端连接所述汽化进料管4,醇解反应塔1顶部设置有尾气导出管5,所述尾气导出管5连接有多级冷凝机构6,多级冷凝机构6的冷凝液通过冷凝回收管7通入醇解反应塔1,多级冷凝机构6未冷凝的气体通过除酸管道8进入尾气去酸吸收塔,反应釜2底部设置有出料口,产物循环管15一端通过液压泵16连接反应釜2的出料口,另一端与醇解反应塔1上部相连。

[0030] 具体的,预反应器10顶端连接有所述尾气导出管5。

[0031] 具体的,多级冷凝机构6包括一级冷凝器17、二级冷凝器18、三级冷凝器19、一级冷凝罐20、二级冷凝罐21、三级冷凝罐22和气体管道23,所述气体管道23依次连接有一级冷凝器17、一级冷凝罐20、二级冷凝器18、二级冷凝罐21、三级冷凝器19、三级冷凝罐22和除酸管道8,所述一级冷凝罐20、二级冷凝罐21和三级冷凝罐22的冷凝液通过冷凝回收管7通入醇解反应塔1。

[0032] 具体的,反应釜2的出料口通过管道还连接有中和釜24,中和釜24的中和进料口上

设置有镁粉罐25。

[0033] 具体的,通入醇解反应系统中一氯甲基三氯硅烷和乙醇的重量比为1:0.5~0.7,流经所述第一乙醇进料管12和流经所述第二乙醇进料管14中的乙醇的重量比为2:1。采用这种原料配比反应充分、反应速率快。

[0034] 在生产氯甲基三乙氧基硅烷时,一氯甲基三氯硅烷通过一氯进料管11至预反应器10中,一部分乙醇通过第一乙醇进料管12进入预反应器10与一氯甲基三氯硅烷发生自发的剧烈反应,反应的产物从上部进入醇解反应塔1中,另一部分的乙醇通过第二乙醇进料管14通过再沸器13汽化后从下部进入醇解反应塔1中。

[0035] 一氯甲基三氯硅烷与乙醇在常温常压下自发地发生醇解反应,反应剧烈,产物生成氯甲基三乙氧基硅烷和氯化氢气体,氯化氢在氯甲基三乙氧基硅烷中的溶解度较大,因此在醇解反应时需要及时将生成的氯化氢从氯甲基三乙氧基硅烷中分离。本发明中,一氯甲基三氯硅烷与乙醇先进入预反应器10中进行混合和初步的预反应,然后进入醇解反应塔1中进行充分反应,由再沸器13中汽化的乙醇将反应生成的氯化氢气体及时带走进入尾气管道二中,再通过多级冷凝器6将乙醇冷凝回收投入醇解反应塔1中再进行汽化、分离氯化氢,多级冷凝器6中氯化氢气体未冷凝,通入尾气去酸吸收塔中进行回收利用。

[0036] 醇解反应塔1中生成的产物氯甲基三乙氧基硅烷和未充分反应的一氯甲基三氯硅烷进入反应釜2中,再通过液压泵16输送至醇解反应塔1的上部与乙醇继续充分反应,不断减少产物中一氯甲基三氯硅烷的含量,最终结合乙醇汽化带走氯化氢的连续循环分离作用,不断提纯产物氯甲基三乙氧基硅烷,最终使出料产物的纯度达到90%。

[0037] 上述描述仅是对本发明较佳实施例的描述,并非对本发明范围的任何限定,本发明领域的普通技术人员根据上述揭示内容做的任何变更、修饰,均属于权利要求书的保护范围。

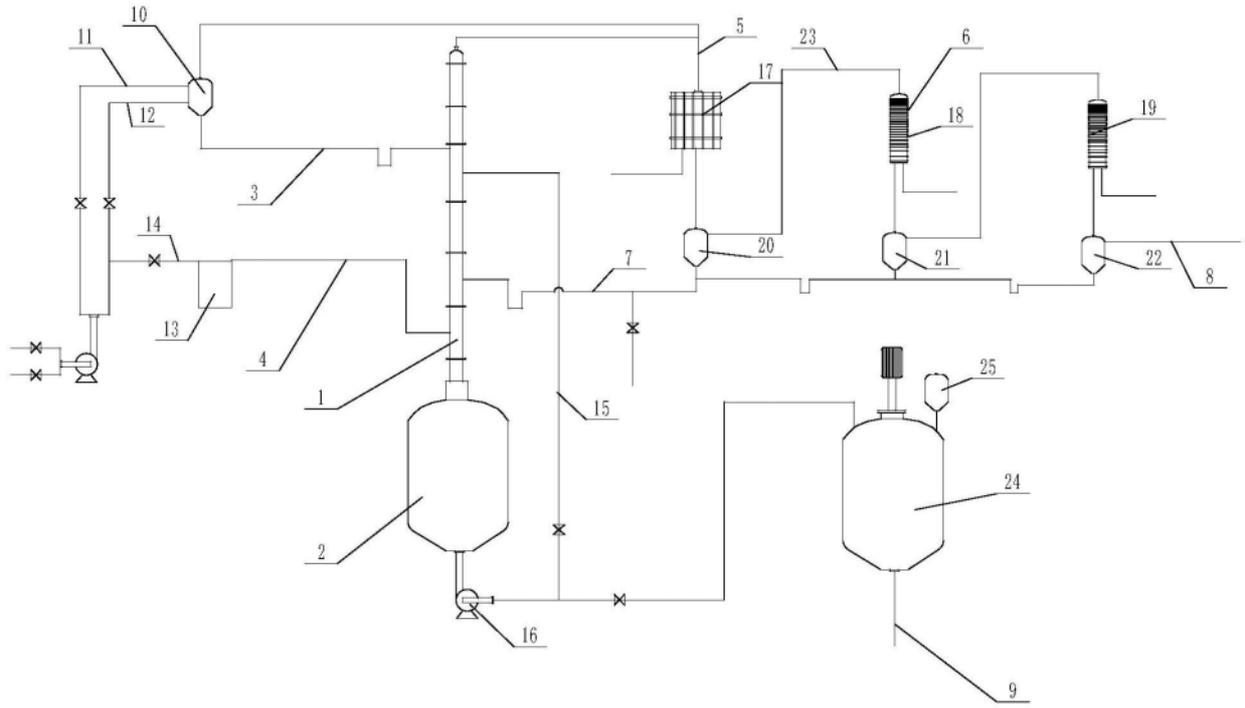


图1