



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115245791 A

(43) 申请公布日 2022. 10. 28

(21) 申请号 202210987659.5

(22) 申请日 2022.08.17

(71) 申请人 陕西延长石油(集团)有限责任公司

地址 710075 陕西省西安市唐延路61号延
长石油科研中心

(72) 发明人 高伟 郭彦新 李伟 霍鹏举

李晓宏 权亚文 李琦 闻容基

闫王伟 李文选 汪亚斌 韩智发

胡金余 魏江涛 段小锋

(74) 专利代理机构 西安智大知识产权代理事务
所 61215

专利代理师 王晶

(51) Int.Cl.

B01J 8/10 (2006.01)

B01D 3/00 (2006.01)

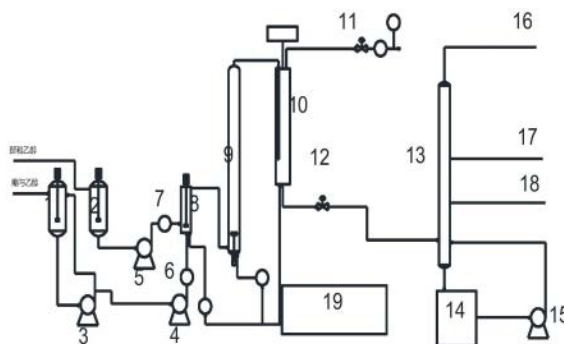
权利要求书2页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种生产高端精细化工品 α -烷基酯的装置
及方法

(57) 摘要

一种生产高端精细化工品 α -烷基酯的装置及方法,包括酯原料罐和醛原料罐,酯原料罐顶部设置变频搅拌器,底部与酯原料循环泵相连,酯原料进料泵的入口连接酯原料循环泵出口管线,醛原料罐出口连接醛原料进料泵入口,预反应器的入口端连接酯原料进料泵与醛原料进料泵出口管线,预反应器出口与反应器的入口端相连,气液冷却分离器入口端与反应器出口相连,气液分离器顶部连接气体排放,气液分离器底部与液位控制阀相连,液体通过液位控制阀至精馏塔,精馏塔底部与催化剂分离入口端相连,催化剂分离器出口与精馏塔循环泵的入口相连,精馏塔循环泵出口与精馏塔加热釜连接形成循环。本发明具有反应条件温和、工艺流程短、产品纯度高的特点。



1. 一种生产高端精细化工品 α -烷基酯的装置,其特征在于,包括酯原料罐(1)和醛原料罐(2),所述酯原料罐(1)顶部设置变频搅拌器,底部与酯原料循环泵(3)相连,形成大量循环原料,醛原料罐(2)底部设置的变频搅拌器,酯原料进料泵(4)的入口连接酯原料循环泵(3)出口管线,所述酯原料进料泵(4)出口为酯原料进料流量计(6),通过调节酯原料进料泵(4)的行程和变频调节酯的进料量,醛原料罐(2)出口连接醛原料进料泵(5)入口,醛原料进料泵(5)出口为醛原料进料流量计(7),通过调节醛原料泵(5)的行程和变频来调节醛的进料量,预反应器(8)的入口端连接酯原料进料泵(4)与醛原料进料泵(5)出口管线,预反应器(8)出口与反应器(9)的入口端相连,气液冷却分离器(10)入口端与反应器(9)出口相连,气液分离器(10)顶部连接气体排放(11),气液分离器(10)底部与液位控制阀(12)相连,液体通过液位控制阀(12)至精馏塔(13),精馏塔(13)底部与催化剂分离(14)入口端相连,催化剂分离器(14)出口与精馏塔循环泵(15)的入口相连,精馏塔循环泵(15)出口与精馏塔加热釜连接形成循环。

2. 根据权利要求1所述的一种生产高端精细化工品 α -烷基酯的装置,其特征在于,所述反应器(9)的底部设置有搅拌器,用于防止催化剂的大量沉降,沉积,进一步强化溶剂与原料的混合,保持催化剂成均相,反应器(9)底部氢气进气采用微孔喷射形式进入,增强微反应,带动催化剂向反应器(9)顶部推行。

3. 根据权利要求1所述的一种生产高端精细化工品 α -烷基酯的装置,其特征在于,所述反应器(9)为管式反应器,内部设有测温装置,可以是中心管多段点测温,也可以是侧面管插入式测温;反应器顶部和底部都为法兰连接密封,底部法兰上装有搅拌器、进料口、进气口,反应器顶部法兰有进气口、物料出口,反应器外部设有加热装置和保温装置。

4. 根据权利要求1所述的一种生产高端精细化工品 α -烷基酯的装置,其特征在于,所述分离器(10)带有沉降管,反应后的产物,将气液固混合物输送至分离器(10)下部,气体分离后从顶部通过压力调节阀(11)排出至气体回收系统,分离器底部的液固物料通过液位控制阀(12)至精馏塔(13),进行分馏;分离器(10)带有保温和加热系统,保持反应条件底部进入的少量氢气用于防止催化剂的沉积,促进产物中未反应完全的物质进一步反应完全,分离器(10)顶部带有雷达液位计,与分离器(10)液位控制阀形成自动控制系统。

5. 根据权利要求1所述的一种生产高端精细化工品 α -烷基酯的装置,其特征在于,所述精馏塔(13)、分离器(10)分离出的液固产物,通过分离器液位控制阀(12)至精馏塔(13)底部,通过精馏塔(13)底部加热器,加热至一定温度,分别在不同塔层分离出烷基酯,醛类,乙醇,精馏塔(13)底部一部分产物同催化剂一起从底部流出至催化剂分离系统(14),分离后的液体通过塔底循环泵15循环之精馏塔13底部。

6. 基于权利要求1-5任一项所述的一种生产高端精细化工品 α -烷基酯的装置的使用方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 工艺气吹扫:酯原料罐(1)和醛原料罐(2),顶部充入氮气,对原料罐及泵管线进行吹扫,增加临时管线,1Mpa分别对预反应器(8),反应器(9),分离器(10)分别进行吹扫,对精馏系统采用0.3Mpa氮气吹扫;

(3) 系统清洗:酯原料罐(1)和醛原料罐(2)加入乙醇50%液位,启动搅拌器,启动酯原料循环泵(3),酯原料进料泵(4),醛原料进料泵(5),进料比例为1:1,使乙醇充满预反应器(8),反应器(9),分离器液位为50%开始排液,精馏塔(13)加入乙醇建立50%液位,加热至

110℃,进行洗塔,整个系统乙醇循环清洗,检测杂质含量 $\leq 0.5\%$ 为系统清洗干净;

(3) 装置初始化:酯原料罐(1)中催化剂,助剂按比例混合加入原料至60%,酯原料循环泵(3)启动循环;醛原料罐(2)加入原料至60%,启动酯原料罐(1)搅拌器;系统气密已完成,启动氢气系统,氢气纯度至99.9%,CO含量 $\leq 10\text{ppm}$,各路氢气气量完成调试,系统2Mpa压力条件与放空系统已成稳定状态,预反应器(8),反应器(9)已加热至65℃-90℃,预反应器(8),反应器(9)的搅拌器启动;分离器液位设置为30%;精馏塔(13)液位建立在45%-50%,温度60℃-80℃,建立底部循环;

(4) 装置启动:启动酯原料进料泵(4),醛原料进料泵(5),醛原料与酯原料的比例为4:6,系统进料,分离器液位至35%,后精馏塔(13)保持液位为45%-50%,逐渐加热至230℃-260℃,从精馏塔分离出乙醇(16)、酯(17)、 α -烷基酯(18);

(5) 装置停车:系统降温至常温,系统降压至常压,停酯原料进料泵(4),醛原料进料泵(5),酯原料循环泵(3)启动循环,从排液口排酯原料罐(1),醛原料罐(2)的剩余原料,排预反应器(8),反应器(9)的产物,排分离器(10),分离塔(13)的物料,系统吹扫置换,停车结束。

一种生产高端精细化工品 α -烷基酯的装置及方法

技术领域

[0001] 本发明涉及高端精细化工品 α -烷基酯生产技术领域,具体涉及一种生产高端精细化工品 α -烷基酯的装置及方法。

背景技术

[0002] 在高端精细化工品 α -烷基酯生产技术领域,采用间歇操作的反应釜,以酯类和醛类为原料,微米级钨炭为催化剂,在反应温度65℃、反应压力2MPa、反应时间6-8小时及临氢气氛下,反应生成高附加值的高端精细化工品 α -烷基酯,存在反应时间长、传质传热效率差、人工操作成本高、自动化程度低、难以实现连续化生产,不利于后规模化放大和工业化量产。

发明内容

[0003] 为了克服上述现有技术的不足,本发明的目的在于提供一种生产高端精细化工品 α -烷基酯的装置及方法,具有反应条件温和、工艺流程短、产品纯度高的特点。

[0004] 为了实现上述目的,本发明采用的技术方案是:

[0005] 一种生产高端精细化工品 α -烷基酯的装置,包括酯原料罐1和醛原料罐2,所述酯原料罐1顶部设置变频搅拌器,底部与酯原料循环泵3相连,形成大量循环原料,醛原料罐2底部设置的变频搅拌器,酯原料进料泵4的入口连接酯原料循环泵3出口管线,所述酯原料进料泵4出口为酯原料进料流量计6,通过调节酯原料进料泵4的行程和变频调节酯的进料量,醛原料罐2出口连接醛原料进料泵5入口,醛原料进料泵5出口为醛原料进料流量计7,通过调节醛原料泵5的行程和变频来调节醛的进料量,预反应器8的入口端连接酯原料进料泵4与醛原料进料泵5出口管线,预反应器8出口与反应器9的入口端相连,气液冷却分离器10入口端与反应器9出口相连,气液分离器10顶部连接气体排放11,气液分离器10底部与液位控制阀12相连,液体通过液位控制阀12至精馏塔13,精馏塔13底部与催化剂分离14入口端相连,催化剂分离器14出口与精馏塔循环泵15的入口相连,精馏塔循环泵15出口与精馏塔加热釜连接形成循环。

[0006] 所述反应器9的底部设置有搅拌器,用于防止催化剂的大量沉降,沉积,进一步强化溶剂与原料的混合,保持催化剂成均相,反应器9底部氢气进气采用微孔喷射形式进入,增强微反应,带动催化剂向反应器9顶部推行。

[0007] 所述反应器9为管式反应器,内部设有测温装置,可以是中心管多段点测温,也可以是侧面管插入式测温;反应器顶部和底部都为法兰连接密封,底部法兰上装有搅拌器、进料口、进气口,反应器顶部法兰有进气口、物料出口,反应器外部设有加热装置和保温装置。

[0008] 所述分离器10带有沉降管,反应后的产物,将气液固混合物输送至分离器10下部,气体分离后从顶部通过压力调节阀11排出至气体回收系统,分离器底部的液固物料通过液位控制阀12至精馏塔,进行分馏;分离器10带有保温和加热系统,保持反应条件底部进入的少量氢气可以防止催化剂的沉积,也可以促进产物中未反应完全的物质进一步反应完全,

分离器顶部带有雷达液位计,与分离器液位控制阀形成自动控制系统。

[0009] 所述精馏塔13、分离器10分离出的液固产物,通过分离器液位控制阀12至精馏塔13底部,通过精馏塔13底部加热器,加热至一定温度,分别在不同塔层分离出烷基酯,醛类,乙醇。精馏塔底部一部分产物同催化剂一起从底部流出至催化剂分离系统14,分离后的液体通过塔底循环泵15循环之精馏塔13底部。

[0010] 一种生产高端精细化工品 α -烷基酯的装置的使用方法,包括以下步骤;

[0011] (1) 工艺气吹扫:酯原料罐1和醛原料罐2,顶部充入氮气,对原料罐及泵管线进行吹扫,增加临时管线,1Mpa分别对预反应器8,反应器9,分离器10分别进行吹扫,对精馏系统采用0.3Mpa氮气吹扫;

[0012] (3) 系统清洗:酯原料罐1和醛原料罐2加入乙醇50%液位,启动搅拌器,启动酯原料循环泵3,酯原料进料泵4,醛原料进料泵5,进料比例为1:1,使乙醇充满与反应器8,反应器9,分离器液位为50%开始排液,精馏塔加入乙醇建立50%液位,加热至110℃,进行洗塔,整个系统乙醇循环清洗,检测杂质含量 $\leq 0.5\%$ 为系统清洗干净;

[0013] (3) 装置初始化:酯原料罐1中催化剂,助剂按比例混合加入原料至60%,酯原料循环泵3启动循环;醛原料罐2加入原料至60%,启动原料罐搅拌器;系统气密已完成,启动氢气系统,氢气纯度至99.9%,CO含量 $\leq 10\text{ppm}$,各路氢气气量完成调试,系统2Mpa压力条件与放空系统已成稳定状态,预反应器8,反应器9已加热至65℃-90℃,预反应器8,反应器9的搅拌器启动;分离器液位设置为30%;精馏塔13液位建立在45%-50%,温度60℃-80℃,建立底部循环;

[0014] (4) 装置启动:启动酯原料进料泵4,醛原料进料泵5,醛原料与酯原料的比例为4:6,系统进料,分离器液位至35%,后精馏塔保持液位为45%-50%,逐渐加热至230℃-260℃,从精馏塔13分离出乙醇16、酯17、 α -烷基酯18;

[0015] (5) 装置停车:系统降温至常温,系统降压至常压,停酯原料进料泵4,醛原料进料泵5,酯原料循环泵3启动循环,从排液口排酯原料罐1,醛原料罐2的剩余原料,排预反应器8,反应器9的产物,排分离器10,分离塔13的物料,系统吹扫置换,停车结束。

[0016] 本发明的有益效果:

[0017] 1 本发明采用连续生产工艺代替传统歇操作的反应釜模式,克服了存在反应时间长、传质传热效率差、人工操作成本高、自动化程度低、难以实现连续化生产,不利于后续规模化放大和工业化量产的缺点。

[0018] 2 本发明为连续生产的方法具有反应条件温和、工艺流程短、运行可靠,安全性高,经济效益高、利润空间大等优势,可以生产纯度高于98%的产品。

[0019] 3. 本发明酯原料罐采用循环和搅拌两种混合方式混合物料,保证了催化剂均相,不易沉降,解决了催化剂在低粘度液体物料中容易沉降的问题。

[0020] 4. 本发明采用预反应器,物料提前反应,降低了反应器的负荷,缩短了物料在反应器中的反应时间,增加物料总反应时间,提高反应效率和反应效果。

[0021] 5. 本发明预反应器,反应器,气液分离器底部都有氢气进入,并且有保温装置,相当于加长反应时间,促进物料完全反应,提高物料转化率。

[0022] 6. 预反应器顶部和反应器底部都有搅拌和氢气从底部进入,保证了催化剂在物料中形成均匀混合,促进反应作用。

[0023] 7. 本发明反应温度65℃、反应压力2MPa条件下进行,反应条件温和,该反应条件下原料酯和醛将全部转化为目标产品,所用溶剂乙醇进入反应产物中,通过溶剂回收方法回收,可继续作为溶剂使用。

附图说明

[0024] 图1为本发明结构示意图。

[0025] 附图标记:

[0026] 酯原料罐1,醛原料罐2,酯原料循环泵3,酯原料进料泵4,醛原料进料泵5,酯原料进料流量计6,醛原料进料流量计7,预反应器8,反应器9,气液冷却分离器10,气体排放11,减压排放阀12,精馏塔13,催化剂分离14,精馏塔循环泵15,乙醇16,醛17, α -烷基酯18。

具体实施方式

[0027] 下面结合实施例对本发明作进一步详细说明。

[0028] 如图1所示,酯原料罐1顶部设置变频搅拌器,酯原料罐1底部与酯原料循环泵3相连,形成大量循环原料,保证酯原料罐1酯与溶剂乙醇比例为1:1.3、0.1% (原料醛) 催化剂混合均匀,防止催化剂沉降或聚集在酯原料罐1底部。醛原料罐2中是醛与溶剂乙醇混合比例为1:1,为两项液体互溶物质混合,只需要醛原料罐底部设置的变频搅拌器提前搅拌均匀,酯原料罐1,醛原料罐2顶部分别有0.3Mpa氮气一方面作为氮气密封储存,一方面为泵入口提供压力。

[0029] 所述酯原料进料泵4出口为酯原料进料流量计6,通过调节酯原料进料泵的行程和变频调节酯的进料量,醛原料进料泵5出口为醛原料进料流量计7,通过调节醛原料泵5的行程和变频来调节醛的进料量,使醛原料与酯原料质量流量比例为4:6。

[0030] 所述预反应器8,醛原料与酯原料按4:6比例进入预反应器8进行预加热和预反应,至反应器底部与氢气混合,氢气与进料量为100NL/kg,在预反应器临氢条件下进行搅拌加热,是醛与酯在溶剂乙醇作为载体的条件下进行反应,生成中间产品,氢气从与反应器底部进入,可以有效防止催化剂的沉降问题,加快反应速率,原料在与反应器反应时间为1h。

[0031] 所述氢气系统15,氢气分为三部分,通过氢气流量计19和16,一部分通过氢气流量计16至预反应器底部,一部分通过氢气流量计16至反应器底部,第三部分氢气至反应器9顶部与反应器底部氢气流量计16的氢气形成压差21,可以作为反应器9内部是否有严重沉降的检测手段。可以根据物料的密度和反应器高度计算出反应器中物料的重力压值作为参考,若压差21大于重力压值测说明反应器有堵塞,若压差21过高,氢气原料无法进料,说明反应器堵塞。

[0032] 所述反应器9底部有搅拌器,防止催化剂的大量沉降,沉积,进一步强化溶剂与原料的混合,保持催化剂成均相,反应器9底部氢气进气采用微孔喷射形式进入,增强微反应,带动催化剂向反应器9顶部推行,反应器氢气与原料总进料为280NL/kg,在反应器中的反应时间为5h。

[0033] 所述分离器10带有沉降管,反应后的产物,将气液固混合物输送至分离器10下部,气体分离后从顶部通过压力调节阀11排出至气体回收系统,分离器底部的液固物料通过液位控制阀12至精馏塔,进行分割;分离器带有保温和加热系统,保持反应条件底部进入的少

量氢气可以防止催化剂的沉积,也可以促进产物中未反应完全的物质进一步反应完全,分离器顶部带有雷达液位计,与分离器液位控制阀形成自动控制系统液位控制为自动系统,设定液位后到达自行开阀排液。

[0034] 所述精馏塔13、分离器10分离出的液固产物,通过分离器液位控制阀12至精馏塔底部,通过精馏塔底部加热器,加热至一定温度,分别在不同塔层分离出烷基酯,醛类,乙醇。精馏塔底部一部分产物同催化剂一起从底部流出至催化剂分离系统14,分离后的液体通过塔底循环泵15循环之精馏塔13底部。

[0035] 一种生产高端精细化工品 α -烷基酯的装置的使用方法,包括以下步骤;

[0036] 一种生产高端精细化工品 α -烷基酯的装置的使用方法,包括以下步骤;

[0037] (1) 工艺气吹扫:酯原料罐1,醛原料罐2,顶部充入氮气,对原料罐及泵管线进行吹扫,增加临时管线,1Mpa分别对预反应器8,反应器9,分离器10分别进行吹扫,对精馏系统采用0.3Mpa氮气吹扫;

[0038] (3) 系统清洗:酯原料罐1,醛原料罐2加入乙醇50%液位,启动搅拌器,启动酯原料循环泵3,酯原料进料泵4,醛原料进料泵5,进料比例为1:1,使乙醇充满预反应器8,反应器9,分离器液位为50%开始排液,精馏塔加入乙醇建立50%液位,加热至110℃,进行洗塔。整个系统乙醇循环清洗,检测杂质含量 $\leq 0.5\%$ 为系统清洗干净。

[0039] (3) 装置初始化:酯原料罐1中催化剂,助剂按比例混合加入原料至60%,酯原料循环泵3启动循环;醛原料罐2加入原料至60%,启动原料罐搅拌器;系统气密已完成,启动氢气系统,氢气纯度至99.9%,CO含量 $\leq 10\text{ppm}$,各路氢气气量完成调试,系统2Mpa压力条件与放空系统已成稳定状态,与反应器8,反应器9已加热至65℃-90℃,预反应器8,反应器9的搅拌器启动;分离器液位设置为30%;精馏塔液位建立在45%-50%,温度60℃-80℃,建立底部循环。

[0040] (4) 装置启动:启动酯原料进料泵4,醛原料进料泵5,醛原料与酯原料的比例为4:6,系统进料,分离器液位至35%,后精馏塔保持液位为45%-50%,逐渐加热至230℃-260℃,从精馏塔分离出乙醇16、酯17、 α -烷基酯18。

[0041] (5) 装置停车:系统降温至常温,系统降压至常压,停酯原料进料泵4,醛原料进料泵5,酯原料循环泵3启动循环,从排液口排酯原料罐1,醛原料罐2的剩余原料,排预反应器8,反应器9的产物,排分离器10,分离塔13的物料,系统吹扫置换,停车结束。

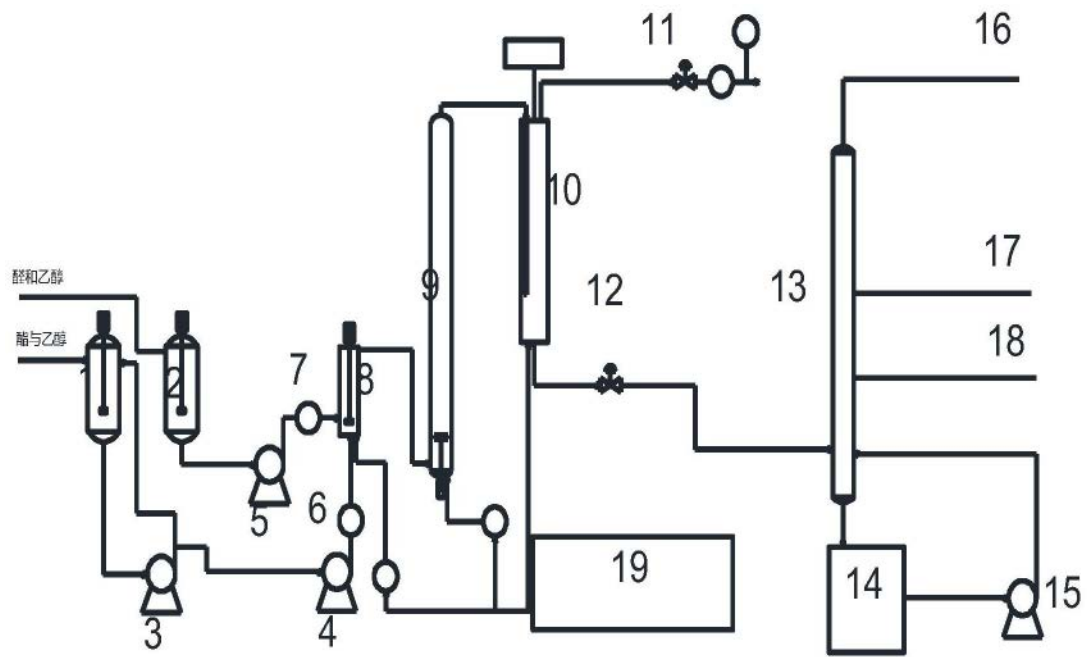


图1