(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 106810469 B
(45)授权公告日 2019.09.24

(21)申请号 201710103819.4

(22)申请日 2017.02.24

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 106810469 A

(43)申请公布日 2017.06.09

(73)专利权人 山东尚舜化工有限公司
地址 274000 山东省菏泽市单县经济开发区

(72)发明人 苗静 赵峰 薛香菊 沙德昌

(74)专利代理机构 济南泉城专利商标事务所 37218
代理人 张贵宾

(51)Int.Cl.
C07C 277/08(2006.01)
C07C 279/18(2006.01)

(56)对比文件
CN 102516223 A,2012.06.27,权利要求9.
CN 102516223 A,2012.06.27,权利要求9.
CN 104387297 A,2015.03.04,说明书第[0011]段.
CN 105348149 A,2016.02.24,权利要求1-3.
US 4898978 A,1990.02.06,全文.
张福来.论氧气法制二苯胍.《橡胶工业》.1998,第45卷(第4期),233-234页.

审查员 耿梅

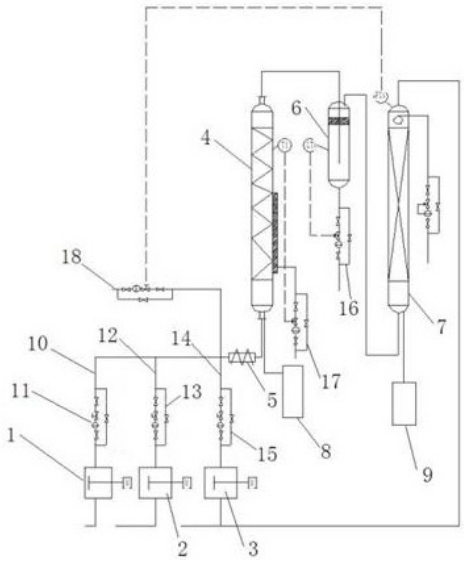
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54)发明名称

一种连续生产橡胶硫化促进剂二苯胍的装置及其生产方法

(57)摘要

本发明属于橡胶硫化促进剂二苯胍生产技术领域,特别涉及一种连续生产橡胶硫化促进剂二苯胍的装置及其生产方法。该连续生产橡胶硫化促进剂二苯胍的装置包括二苯硫脲、氨水混合液计量泵,催化剂蠕动计量泵,管道式反应器,预热器,氧气压缩机,气液分离器,气液洗涤塔,连续过滤装置,氨水接收器。本工艺采用密封的连续设备生产硫化促进剂二苯胍,避免了过程中物料的挥发,节约物料的同时保护了环境;实现了物料的瞬间混合,避免了传统釜式反应局部物料配比过量易产生副产物的问题,并大大提高了生产效率;更重要的是采取连续化生产之后,由于设备较小,同一时间单元内生产现场反应体系内的物料大大减少,极大地降低了安全风险。



CN 106810469 B

1.一种连续生产橡胶硫化促进剂二苯胍的装置,其特征在于:包括二苯硫脲、氨水混合液计量泵,催化剂蠕动计量泵,管道式反应器,预热器,氧气压缩机,气液分离器,气液洗涤塔,连续过滤装置,氨水接收器;

二苯硫脲、氨水混合液计量泵通过混合液管道与管道式反应器底部连接,混合液管道上设有二苯硫脲、氨水混合液流量调节阀组;催化剂蠕动计量泵通过催化剂管道与管道式反应器底部连接,催化剂管道上设有催化剂流量调节阀组;氧气压缩机通过氧气管道与管道式反应器底部连接,氧气管道上设有氧气流量调节阀组;所述管道式反应器顶部出口与气液分离器相连,底部半成品物料与连续过滤装置相连,气液分离器与连续过滤装置之间设有液位调节阀组;所述气液分离器的顶部与气液洗涤塔相连,气液洗涤塔底部与氨水接收器相连,顶部通过管道与氧气压缩机相连;

采用连续生产橡胶硫化促进剂二苯胍的装置连续生产橡胶硫化促进剂二苯胍的生产方法,包括以下步骤:

1)将二苯硫脲和氨水按比例混合,通过计量泵泵入管道式反应器;催化剂通过计量泵泵入管道式反应器,调整氧气压力,缓慢使反应器升压,同时开启管道反应器夹套蒸汽升温至40-60℃;2)待系统压力开始下降,系统温度开始上升时,及时将加热蒸汽改为循环水,继续通氧气,待 气液分离器有液位出现,压力升至0.4-0.5Mpa时,开启洗涤塔的喷淋水,并同时开启氧气循环机,调整循环量为3000m^3;3)保持气液分离器液位恒定,开启液位调节阀组开始出料至连续过滤装置。

2.根据权利要求1所述的连续生产橡胶硫化促进剂二苯胍的装置,其特征在于:所述氧气流量调节阀组与氧气超压自动切断阀连接,该氧气超压自动切断阀通过管道与气液洗涤塔连接。

3.根据权利要求1所述的连续生产橡胶硫化促进剂二苯胍的装置,其特征在于:气液分离器内部设置防冲料装置和液位自动控制装置。

4.根据权利要求1所述的连续生产橡胶硫化促进剂二苯胍的装置,其特征在于:所述连续管道反应器内部采用光滑的螺旋式混合结构,外部采用夹套装置;夹套装置外设有用于调节夹套温度的温度调节阀组。

5.根据权利要求1所述的连续生产橡胶硫化促进剂二苯胍的装置,其特征在于:二苯硫脲与氨水的摩尔比为1:5-30,氨水的浓度为10-30%。

6.根据权利要求1所述的连续生产橡胶硫化促进剂二苯胍的装置,其特征在于:催化剂采用水溶性催化剂,催化剂的质量为二苯硫脲质量的0.1%。

7.根据权利要求1所述的连续生产橡胶硫化促进剂二苯胍的装置,其特征在于:反应温度控制在55-80℃,反应压力控制在0.2-0.8Mpa,气液分离器中气液比控制在1000-5000:1。

8.根据权利要求1所述的连续生产橡胶硫化促进剂二苯胍的装置,其特征在于:二苯硫脲的粒径控制在100-200目。

一种连续生产橡胶硫化促进剂二苯胍的装置及其生产方法

[0001] (一)技术领域

[0002] 本发明属于橡胶硫化促进剂二苯胍生产技术领域,特别涉及一种连续生产橡胶硫化促进剂二苯胍的装置及其生产方法。

[0003] (二)背景技术

[0004] 二苯胍为橡胶硫化中速促进剂,可用作噻唑类、秋兰姆类及次磺酰胺类促进剂的活化剂。与促进剂DM、TMTD并用时用于连续硫化。有抗老化性能。通用于天然胶与合成胶,主要用于制造轮胎、胶板、胶鞋等橡胶工业制品。

[0005] 硫化促进剂DPG的生产路线基本有三种,氧化铅路线、氯化氰路线和氧气氧化法路线,目前由于环保和成本问题氧化铅路线和氯化氰路线已基本淘汰。氧气氧化法路线是目前生产二苯胍的主要路线,但其本身也有一定的局限,首先其产品外观明显偏黄偏暗;其次由于反应过程中氨氧混合气体处于爆炸极限内,存在较大的安全隐患;这主要是由于在传统的釜式反应器中,存在反应放出的热量不能及时释放、反应温度不能精确控制、反应液搅拌不均匀等缺点,容易造成副反应的发生和生产安全问题。

[0006] (三)发明内容

[0007] 本发明为了弥补现有技术的不足,提供了一种连续生产橡胶硫化促进剂二苯胍的装置及其生产方法。

[0008] 本发明是通过如下技术方案实现的:

[0009] 一种连续生产橡胶硫化促进剂二苯胍的装置,其特征在于:包括二苯硫脲、氨水混合液计量泵,催化剂蠕动计量泵,管道式反应器,预热器,氧气压缩机,气液分离器,气液洗涤塔,连续过滤装置,氨水接收器。

[0010] 其中,二苯硫脲、氨水混合液计量泵通过混合液管道与管道式反应器底部连接,混合液管道上设有二苯硫脲、氨水混合液流量调节阀组;催化剂蠕动计量泵通过催化剂管道与管道式反应器底部连接,催化剂管道上设有催化剂流量调节阀组;氧气压缩机通过氧气管道与管道式反应器底部连接,氧气管道上设有氧气流量调节阀组;所述管道式反应器顶部出口与气液分离器相连,底部半成品物料与连续过滤装置相连,气液分离器与连续过滤装置之间设有液位调节阀组;所述气液分离器的顶部与气液洗涤塔相连,气液洗涤塔底部与氨水接收器相连,顶部通过管道与氧气压缩机相连。

[0011] 上述氧气流量调节阀组与氧气超压自动切断阀连接,该氧气超压自动切断阀通过管道与气液洗涤塔连接。

[0012] 其中,气液分离器内部设置防冲料装置和液位自动控制装置。

[0013] 所述管道式反应器内部采用光滑的螺旋式混合结构,外部采用夹套装置;夹套装置外设有用于调节夹套温度的温度调节阀组。

[0014] 连续生产橡胶硫化促进剂二苯胍的生产方法包括:1)将二苯硫脲和氨水按比例混合,通过计量泵泵入管道式反应器;催化剂通过计量泵泵入管道式反应器,调整氧气压力,缓慢使反应器升压,同时开启管道反应器夹套蒸汽升温至40-60℃;2)待系统压力开始下降,系统温度开始上升时,及时将加热蒸汽改为循环水,继续通氧气,带气液分离器有液位

出现,压力升至0.4-0.5Mpa时,开启洗涤塔的喷淋水,并同时开启氧气循环机,调整循环量为3000m3;3)保持气液分离器液位恒定,开启液位调节阀组11开始出料至连续过滤装置。

[0015] 进一步,二苯硫脲与氨水的摩尔比为1:5-30,氨水的浓度为10-30%。

[0016] 进一步,催化剂采用水溶性催化剂,催化剂的质量为二苯硫脲质量的0.1%。

[0017] 进一步,反应温度控制在55-80℃,反应压力控制在0.2-0.8Mpa,气液分离器中气液比控制在1000-5000:1。

[0018] 进一步,二苯硫脲的粒径控制在100-200目。

[0019] 本工艺采用密封的连续设备生产硫化促进剂二苯胍,避免了过程中物料的挥发,节约物料的同时保护了环境;实现了物料的瞬间混合,避免了传统釜式反应局部物料配比过量易产生副产物的问题,并大大提高了生产效率;更重要的是采取连续化生产之后,由于设备较小,同一时间单元内生产现场反应体系内的物料大大减少,极大地降低了安全风险。

[0020] 本发明的有益效果是:本发明解决了现有工艺产量低,安全性差,间歇生产劳动效率低下,批与批之间产品质量存在差异等多种缺陷。

[0021] (1)生产过程在密闭设备内完成,不会对周围的环境造成任何污染;

[0022] (2)生产过程中同一时间单元内生产现场反应体系内的物料大大减少,极大地降低了安全风险;

[0023] (3)反应时间大大降低,提高了生产效率;产品实现连续生产,避免了间歇生产过程中由于操作和设备之间的差异造成的质量波动。

[0024] (4)特殊结构的管道反应器大大提高传质效果,使氧化反应更易进行,从而提高了设备利用效率,减少了设备投资。

[0025] (5)气液分离罐替代了原来的水洗罐,减少了设备投资,水洗水用量降低60%,实现了气液固三项分离连续密闭分离。

[0026] (6)氧气压缩机实现了氧气的大循环量利用,解决了釜式反应氧气在釜内流动性差,气液比小,反应速度低的问题。

[0027] (四)附图说明

[0028] 下面结合附图对本发明作进一步的说明。

[0029] 图1为本发明的结构示意图;

[0030] 图中,二苯硫脲、氨水混合液计量泵1,催化剂蠕动计量泵2,氧气压缩机3,管道式反应器4,预热器5,气液分离器6,气液洗涤塔7,连续过滤装置8,氨水接收器9,混合液管道10,二苯硫脲、氨水混合液流量调节阀组11,催化剂管道12,催化剂流量调节阀组13,氧气管道14,氧气流量调节阀组15,液位调节阀组16, 温度调节阀组17,氧气超压自动切断阀18。

[0031] (五)具体实施方式

[0032] 实施例1

[0033] 附图为本发明的一种具体实施例。该实施例包括二苯硫脲、氨水混合液计量泵1,催化剂蠕动计量泵2,管道式反应器4,预热器5,氧气压缩机3,气液分离器6,气液洗涤塔7,连续过滤装置8,氨水接收器9。二苯硫脲、氨水混合液计量泵1通过混合液管道10与管道式反应器4底部连接,混合液管道10上设有二苯硫脲、氨水混合液流量调节阀组11;催化剂蠕动计量泵2通过催化剂管道12与管道式反应器4底部连接,催化剂管道12上设有催化剂流量调节阀组13;氧气压缩机3通过氧气管道14与管道式反应器4底部连接,氧气管道14上设有

氧气流量调节阀组15;所述管道式反应器4顶部出口与气液分离器6相连,底部半成品物料与连续过滤装置8相连,气液分离器6与连续过滤装置8之间设有液位调节阀组16;所述气液分离器6的顶部与气液洗涤塔7相连,气液洗涤塔7底部与氨水接收器9相连,顶部通过管道与氧气压缩机3相连。

[0034] 上述氧气流量调节阀组15与氧气超压自动切断阀18连接,该氧气超压自动切断阀18通过管道与气液洗涤塔7连接。

[0035] 上述气液分离器6内部设置防冲料装置和液位自动控制装置;气液分离器内设除沫装置,防止由于雾沫夹带造成冲料,气液分离器的作用在于:一是实现气液分离,二是实现汽提脱氨。

[0036] 上述管道式反应器4内部采用光滑的螺旋式混合结构,外部采用夹套装置;夹套装置外设有用于调节夹套温度的温度调节阀组17;本发明所使用的管道式反应器4内部设有光滑的螺旋混合及防沉降装置,使得气液固三项能够很好的混和,而且在管道中呈湍流状态不至于造成固体沉降。外部设有盘管,连接蒸汽和循环水,在反应起始阶段通蒸汽加热至反应所需温度,待反应正常进行后,更换为循环水,循环水通过温度调节阀组17实现自动控温。

[0037] 洗涤塔内部设有填料和液体分布装置及液位控制系统,本发明所用的洗涤塔内设分布器和填料,目的是用水吸收后从气液分离器顶部出来的混合气中的氨,提纯氧气,实现氨水和氧气的循环使用。

[0038] 实施例2:

[0039] 采用实施例所示设备,连续生产橡胶硫化促进剂二苯胍的生产方法包括:

[0040] 将二苯硫脲和氨水按摩尔比为1:8,氨水浓度为20%配成浆液,用计量泵按每小时1m^3的进料量泵入管道反应器,催化剂配成30%水溶液,以每小时0.34L的蠕动计量泵入管道反应器,调整新氧压力为0.45Mpa,缓慢使反应器升压,同时开启管道反应器夹套蒸汽升温至50℃,带系统压力开始下降,温度开始上升时,及时将加热蒸汽改为循环水,继续通氧,带气液分离器有液位出现,压力升至0.45Mpa时,开启洗涤塔的喷淋水,并同时开启氧气循环机,调整循环量为3000m^3。保持气液分离器液位恒定,开启液位调节阀组开始出料至连续过滤装置;其中气液分离器中气液比控制在1000-5000:1。

[0041] 实施例3:

[0042] 采用实施例所示设备,连续生产橡胶硫化促进剂二苯胍的生产方法包括:

[0043] 将二苯硫脲和氨水按摩尔比为1:5,氨水浓度为30%配成浆液,用计量泵按每小时1m^3的进料量泵入管道反应器,催化剂配成30%水溶液,以每小时0.34L的蠕动计量泵入管道反应器,调整新氧压力为0.45Mpa,缓慢使反应器升压,同时开启管道反应器夹套蒸汽升温至55℃,带系统压力开始下降,温度开始上升时,及时将加热蒸汽改为循环水,继续通氧,带气液分离器有液位出现,压力升至0.4Mpa时,开启洗涤塔的喷淋水,并同时开启氧气循环机,调整循环量为3000m^3。保持气液分离器液位恒定,开启液位调节阀组开始出料至连续过滤装置;其中气液分离器中气液比控制在1000-5000:1。

[0044] 实施例4:

[0045] 采用实施例所示设备,连续生产橡胶硫化促进剂二苯胍的生产方法包括:

[0046] 将二苯硫脲和氨水按摩尔比为1:30,氨水浓度为10%配成浆液,用计量泵按每小时

1m^{3}的进料量泵入管道反应器，催化剂配成30%水溶液，以每小时0.34L的蠕动计量泵入管道反应器，调整新氧压力为0.45Mpa，缓慢使反应器升压，同时开启管道反应器夹套蒸汽升温至80℃，带系统压力开始下降，温度开始上升时，及时将加热蒸汽改为循环水，继续通氧，带气液分离器有液位出现，压力升至0.8Mpa时，开启洗涤塔的喷淋水，并同时开启氧气循环机，调整循环量为3000m^3。保持气液分离器液位恒定，开启液位调节阀组开始出料至连续过滤装置；其中气液分离器中气液比控制在1000-5000:1。

[0047] 上面以举例方式对本发明进行了说明，但本发明不限于上述具体实施例，凡基于本发明所做的任何改动或变型均属于本发明要求保护的范围。

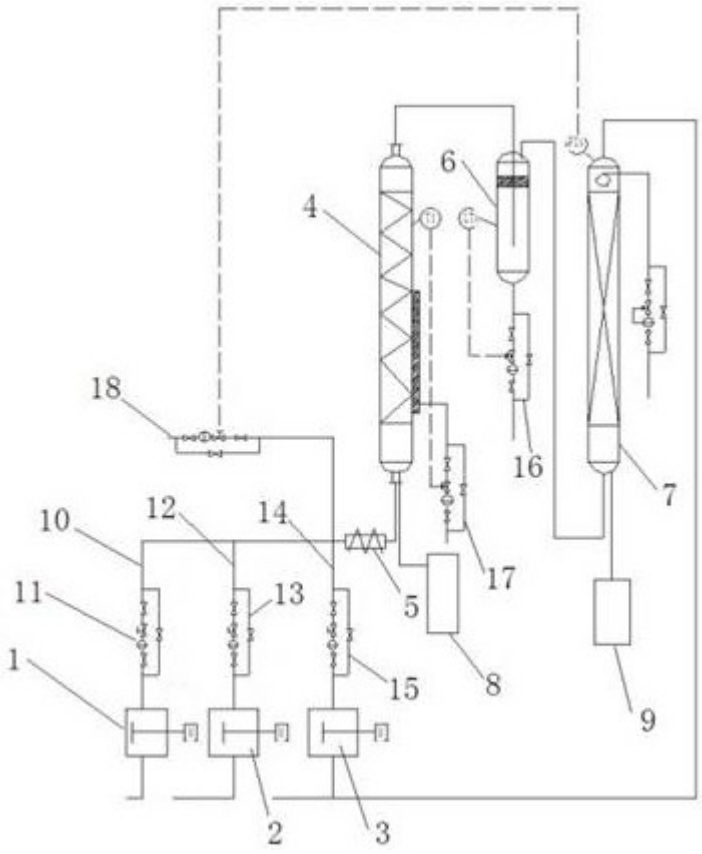


图1