(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 113828267 A
(43)申请公布日 2021.12.24

(21)申请号 202111141898.0

(22)申请日 2021.09.28

(71)申请人 杨翠萍
地址 239300 安徽省滁州市天长市炳辉东路易居天福小区2栋303室

(72)发明人 杨翠萍 范文杰

(51)Int.Cl.
B01J 19/24(2006.01)
B01J 10/00(2006.01)
C07C 67/36(2006.01)
C07C 67/48(2006.01)
C07C 69/36(2006.01)
C07C 201/04(2006.01)
C07C 203/00(2006.01)

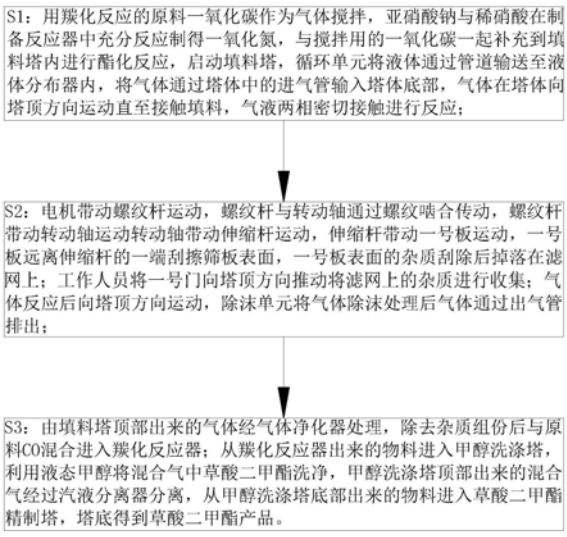
权利要求书2页 说明书8页 附图6页

(54)发明名称

一种草酸二甲酯合成装置及其工艺

(57)摘要

本发明属于草酸二甲酯合成技术领域，具体的说是一种草酸二甲酯合成装置及其工艺，该草酸二甲酯合成装置包括塔体、电机和循环单元；所述塔体一侧安装有循环单元，且塔体相邻循环单元的位置安装有电机，塔体底部固连有出液管，塔体顶部固连有出气管，塔体相对循环单元的位置固连有进气管；通过设置一号板，蜗杆带动转动轴运动，转动轴带动伸缩杆运动，伸缩杆带动一号板运动，一号板将掉落在筛板表面的杂质进行刮动，一号板刮动杂质沿筛板表面运动至筛板与塔体内壁之间的空隙位置，杂质通过筛板与塔体内壁之间的空隙掉落至滤网表面，增加筛板的清洁程度，从而增加液体流动效果，进而增加草酸二甲酯的合成效率。



CN 113828267 A

1.一种草酸二甲酯合成装置,其特征在于:包括塔体(1)、电机(11)和循环单元(12);所述塔体(1)一侧安装有循环单元(12),且塔体(1)相邻循环单元(12)的位置安装有电机(11),塔体(1)底部固连有出液管,塔体(1)顶部固连有出气管,塔体(1)相对循环单元(12)的位置固连有进气管;所述塔体(1)内位于顶部位置固连有除沫单元(13),且塔体(1)内靠近除沫单元(13)位置固连有液体分布器(14),塔体(1)内均匀固连有压料板(15),塔体(1)内远离塔顶位置均匀固连有支撑板(16),相邻压料板(15)和支撑板(16)之间均盛有填料(17);所述塔体(1)内壁位于相邻填料(17)之间均转动连接有转动轴(2),且转动轴(2)的一端位于塔体(1)外;所述电机(11)的输出端固连有蜗杆(18),且转动轴(2)远离塔体(1)的一端与蜗杆(18)通过涡轮连接;所述转动轴(2)位于塔体(1)中心位置均匀固连有一组伸缩杆(21),且伸缩杆(21)远离转动轴(2)的一端固连有一号板(22),一号板(22)为弧形设置;所述塔体(1)内相邻转动轴(2)和压料板(15)之间均固连有筛板(3),且筛板(3)远离电机(11)的部分与塔体(1)内壁设置有间隙,筛板(3)上均匀开设有一组方形的筛孔(31);所述塔体(1)内筛板(3)远离电机(11)的部分与塔体(1)内壁之间设置有滤网(32),塔体(1)内位于滤网(32)与塔顶之间均匀固连有一组滤板(33),滤板(33)靠近滤网(32)位置,相邻滤板(33)之间为紧密贴合状态;所述塔体(1)内位于滤板(33)和滤网(32)之间部分设置有一号门(4),且一号门(4)与塔体(1)外表面滑动连接;所述塔体(1)内壁靠近填料(17)部分为波浪状。

2.根据权利要求1所述的一种草酸二甲酯合成装置,其特征在于:所述一号板(22)对应筛孔(31)位置均匀固连有一组凸块(23);在一号板(22)接触筛板(3)时,凸块(23)远离伸缩杆(21)的一端伸出筛孔(31)。

3.根据权利要求2所述的一种草酸二甲酯合成装置,其特征在于:所述筛孔(31)为锥形设置,且筛孔(31)靠近滤网(32)的一端位于滤网(32)上方。

4.根据权利要求3所述的一种草酸二甲酯合成装置,其特征在于:所述一号板(22)靠近滤网(32)的一侧为弧形设置。

5.根据权利要求4所述的一种草酸二甲酯合成装置,其特征在于:所述滤板(33)为倾斜设置,且滤板(33)为橡胶材质。

6.根据权利要求5所述的一种草酸二甲酯合成装置,其特征在于:所述凸块(23)远离一号板(22)的一端设置有滚珠(24),且滚珠(24)与凸块(23)转动连接。

7.一种草酸二甲酯合成工艺,其特征在于:该工艺适用于上述权利要求1-6中任意所述草酸二甲酯合成装置,且该工艺包括以下步骤:

S1:用羰化反应的原料一氧化碳作为气体搅拌,亚硝酸钠与稀硝酸在NO制备反应器中充分反应制得一氧化氮,与搅拌用的一氧化碳一起补充到填料(17)塔内进行酯化反应,启动填料(17)塔,循环单元(12)将液体通过管道输送至液体分布器(14)内,液体分布器(14)将液体降淋在塔体(1)内部,将气体通过塔体(1)中的进气管输入塔体(1)底部,气体在塔体(1)向塔顶方向运动直至接触填料(17),在填料(17)表面上,气液两相密切接触进行反应;

S2:电机(11)带动蜗杆(18)运动,蜗杆(18)与转动轴(2)通过螺纹啮合传动,蜗杆(18)带动转动轴(2)运动转动轴(2)带动伸缩杆(21)运动,伸缩杆(21)带动一号板(22)运动,一号板(22)远离伸缩杆(21)的一端刮擦筛板(3)表面,伸缩杆(21)受力收缩,一号板(22)将掉落在筛板(3)表面的杂质进行刮动,一号板(22)表面的杂质刮除后掉落在滤网(32)上;在填

料(17)塔长时间连续工作结束后,工作人员将一号门(4)向塔顶方向推动从而打开塔体(1)位于滤网(32)位置的部分,工作人员将滤网(32)上的杂质进行收集;气体反应后向塔顶方向运动,除沫单元(13)将气体除沫处理后气体通过出气管排出;

S3:由填料(17)塔顶部出来的气体经气体净化器处理,除去杂质组份后与原料CO混合进入羰化反应器;从羰化反应器出来的物料进入甲醇洗涤塔,利用液态甲醇将混合气中草酸二甲酯洗净,该塔设置塔顶冷却器与塔釜再沸器,新鲜甲醇补入到回流罐,甲醇洗涤塔顶部出来的混合气经过汽液分离器分离,然后经循环气压缩机增压送到填料(17)塔,从甲醇洗涤塔底部出来的物料进入草酸二甲酯精制塔,塔底得到草酸二甲酯产品,塔顶为甲醇、碳酸二甲酯和水。

一种草酸二甲酯合成装置及其工艺

技术领域

[0001] 本发明属于草酸二甲酯合成技术领域，具体的说是一种草酸二甲酯合成装置及其工艺。

背景技术

[0002] 草酸二甲酯作为重要的化工和医药原料，常被用于制备各种有机溶剂、萃取剂、粘合剂、增塑剂及多种医药中间体。在一氧化氮制取并羰化合成草酸二甲酯。用羰化反应的原料一氧化碳作为气体搅拌，亚硝酸钠与稀硝酸在NO制备反应器中充分反应制得一氧化氮，与搅拌用的一氧化碳一起补充到草酸二甲酯循环系统进行酯化、羰化，最终合成草酸二甲酯。在使用填料塔进行酯化反应时，液体冲刷填料上的杂质掉落至液体在分布器中，在长时间工作情况下容易产生堵塔现象。

[0003] 现有技术中也出现了一项专利关于一种草酸二甲酯合成装置及其工艺的技术方案，如申请号为CN2018205705549的一项中国专利公开了一种填料塔，包括塔体和至少两层填料，塔体的下部有气体进口，塔体的顶部有气体出口，塔体的上部有液体进口，塔体的底部有液体出口，填料置于气体进口的上部和液体进口的下部之间，填料之间设有一液体分布器，液体分布器包括环设固定在塔体内壁上的连接板以及平滑连接在连接板的环形内侧的分流本体，连接板为上宽下窄且顶部与底部均开口的中空圆台形板；但是该技术方案存在不足，该专利所述壁流的液体会通过第一内孔下流进入第二凹槽，液体进一步的通过第二外孔与第二内孔流出，且多数液体通过第二内孔，顺次实现壁流的液体逐级向内侧分布，但在长时间工作过程中，液体将填料中的杂质和反应后的杂质冲刷掉落在再分布器中，杂质将部分凹槽的孔堵塞后，液体从下一级凹槽中的孔流下，导致堵塞后的孔下方液体的流动效果降低，从而造成气体在堵塞住的孔下方的反应效果降低，影响草酸二甲酯合成效果。

[0004] 鉴于此，本发明提出了一种草酸二甲酯合成装置及其工艺，解决了上述问题。

发明内容

[0005] 为了弥补现有技术的不足，解决长时间工作过程中，液体将填料中的杂质和反应后的杂质冲刷掉落在再分布器中，杂质将部分凹槽的孔堵塞后，液体从下一级凹槽中的孔流下，导致堵塞后的孔下方液体的流动效果降低，从而造成气体在堵塞住的孔下方的反应效果降低，影响草酸二甲酯合成效果的问题，本发明提出了一种草酸二甲酯合成装置及其工艺。

[0006] 本发明解决其技术问题所采用的技术方案是：本发明所述的一种草酸二甲酯合成装置及其工艺，该草酸二甲酯合成装置包括塔体、电机和循环单元；所述塔体一侧安装有循环单元，且塔体相邻循环单元的位置安装有电机，塔体底部固连有出液管，塔体顶部固连有出气管，塔体相对循环单元的位置固连有进气管；所述塔体内位于顶部位置固连有除沫单元，且塔体内靠近除沫单元位置固连有液体分布器，塔体内均匀固连有压料板，塔体内远离塔顶位置均匀固连有支撑板，相邻压料板和支撑板之间均盛有填料；所述塔体内壁位于相

邻填料之间均转动连接有转动轴，且转动轴的一端位于塔体外；所述电机的输出端固连有蜗杆，且转动轴远离塔体的一端与蜗杆通过涡轮连接；所述转动轴位于塔体中心位置均匀固连有一组伸缩杆，且伸缩杆远离转动轴的一端固连有一号板，一号板为弧形设置；所述塔体内相邻转动轴和压料板之间均固连有筛板，且筛板远离电机的部分与塔体内壁设置有间隙，筛板上均匀开设有一组方形的筛孔；所述塔体内筛板远离电机的部分与塔体内壁之间设置有滤网，塔体内位于滤网与塔顶之间均匀固连有一组滤板，滤板靠近滤网位置，相邻滤板之间为紧密贴合状态；所述塔体内位于滤板和滤网之间部分设置有一号门，且一号门与塔体外表面滑动连接；所述塔体内壁靠近填料部分为波浪状。

[0007] 使用时，在利用一氧化氮制取并羰化合成草酸二甲酯过程中，将原料气进行酯化、羰化和洗涤，最终合成草酸二甲酯，其中本发明使用填料塔实现草酸二甲酯合成步骤中的酯化反应；在酯化合成草酸二甲酯时，启动填料塔，循环单元将液体通过管道输送至液体分布器内，液体分布器将液体降淋在塔体内部，液体向塔底方向流动直至接触填料表面，将原料气通过塔体中的进气管输入塔体底部，气体在塔体向塔顶方向运动直至接触填料，在填料表面上，气液两相密切接触进行反应，由于塔体内壁靠近填料部分为波浪状，部分液体沿塔体内壁波浪部分流速降低，塔体内壁上的液体流速缓慢，使得液体流向填料表面流量增加，从而增加原料气与液体之间的反应程度，进而增加草酸二甲酯的合成效率，避免由于塔体内部位于填料位置的内壁光滑，导致液体在塔体内壁上的流动速度增加，造成大量液体沿塔体内壁走短路而减少液体在填料表面流动的现象；液体流经填料后，填料受液体流动冲刷影响，部分小体积填料穿过支撑板掉落在筛板表面，本发明中的压料板和支撑板为填料塔中常规的压料板和支撑板，液体流经筛板表面通过筛孔再分布后向塔体流动，通过设置一号板，电机带动蜗杆运动，本发明中的电机为常规减速电机，蜗杆通过涡轮与转动轴形成涡轮蜗杆结构，使得蜗杆通过涡轮带动转动轴进行运动，转动轴带动伸缩杆运动，伸缩杆带动一号板运动，一号板远离伸缩杆的一端刮擦筛板表面，伸缩杆受力收缩，一号板将掉落在筛板表面的杂质进行刮动，一号板刮动杂质沿筛板表面运动至筛板与塔体内壁之间的空隙位置，杂质通过筛板与塔体内壁之间的空隙掉落至滤网表面，增加筛板的清洁程度，从而增加液体流动效果，进而增加草酸二甲酯的合成效率，避免筛板上的杂质堆积过多导致筛孔堵塞，从而造成淹塔现象，降低草酸二甲酯的合成效率；一号板刮动杂质时，一号板将筛板上的液体刮动，加速筛板上液体的运动效果，从而增加液体流经筛板后再流向填料的均匀程度，增加气液反应的均匀性，增加草酸二甲酯的合成效果；一号板经过筛板与塔体内壁之间的空隙位置后，一号板表面接触滤板，滤板远离塔体内壁的一端位于筛板与塔体内壁之间空隙的中间部分，滤板远离塔体内壁的一端刮动一号板表面，将一号板表面沾附的杂质刮除，增加一号板表面的清洁程度，从而增加筛板表面的清洁程度，防止一号板再次接触筛板，一号板表面的杂质对筛板进行二次污染；一号板表面的杂质刮除后掉落在滤网上，在填料塔长时间连续工作结束后，工作人员将一号门向塔顶方向推动从而打开塔体位于滤网位置的部分，工作人员将滤网上的杂质进行收集，增加塔体内的清洁程度；工作人员松开一号门，一号门沿塔体表面下滑至将塔体掩盖后一号门静止；气体反应后向塔顶方向运动直至接触除沫单元，除沫单元将气体除沫处理后气体通过出气管排出。

[0008] 优选的，所述一号板对应筛孔位置均匀固连有一组凸块；在一号板接触筛板时，凸块远离伸缩杆的一端伸出筛孔。

[0009] 使用时，通过设置凸块，转动轴带动伸缩杆运动，伸缩杆带动一号板运动，一号板带动凸块运动，在一号板运动至接触筛板时，一号板带动凸块运动直至伸入筛孔内，且凸块远离伸缩杆的一端伸出筛孔，转动轴带动伸缩杆继续运动，伸缩杆带动一号板沿着筛板表面运动，一号板受筛板挤压带动伸缩杆向转动轴方向运动，一号板带动凸块在筛孔内运动，凸块朝向滤网的一侧刮动筛孔内壁，将筛孔内的杂质刮除，增加筛孔的清洁程度，从而从而增加液体流动效果，进而增加草酸二甲酯的合成效率，避免筛板上的杂质堆积过多导致筛孔堵塞，从而造成淹塔现象，降低草酸二甲酯的合成效率。

[0010] 优选的，所述筛孔为锥形设置，且筛孔靠近滤网的一端位于滤网上方。

[0011] 使用时，通过设置筛孔为锥形，筛孔中孔径小的一端朝向塔体底部，筛孔中孔径大的一端朝向塔体顶部，筛孔孔径小于支撑板和压料板中液体通过的孔径，当杂质掉落在筛板上时，杂质沿着筛孔内壁导向向筛孔中心运动，从而使得杂质在筛孔的部分位置形成少量堆积，一号板带动凸块将筛孔部分位置堆积的杂质进行刮除，减少填料中的杂质，从而增加液体流动效果，进而增加草酸二甲酯的合成效率；一号板和凸块带动杂质在筛板表面和筛孔内运动，由于筛孔靠近滤网的一端位于滤网上方，筛孔内的杂质运动至筛孔靠近滤网的一端，筛孔中的杂质掉落在滤网表面，增加筛孔中杂质的清洁效果，避免滤网水平位置高于筛孔靠近滤网的一端，导致筛孔的部分杂质被滤网边缘阻挡遗留在筛孔内，降低筛孔内的清洁程度。

[0012] 优选的，所述一号板靠近滤网的一侧为弧形设置。

[0013] 使用时，转动轴带动伸缩杆运动，伸缩杆带动一号板运动，一号板运动至筛板位置时，一号板的弧形表面接触筛板表面，一号板的弧形表面刮擦筛板表面将筛板表面的杂质刮除，一号板的弧形表面带动杂质运动时，由于设置一号板靠近滤网的一侧为弧形，杂质受一号板的弧形表面导向作用，沿着一号板的弧形表面向靠近筛板方向运动，增加一号板的清洁程度，从而增加筛板表面的清洁程度，防止一号板带动杂质沿筛板表面向滤网方向运动时，杂质沿着一号板朝向滤网方向的一侧运动至一号板表面，降低一号板表面的清洁程度。

[0014] 优选的，所述滤板为倾斜设置，且滤板为橡胶材质。

[0015] 使用时，通过设置滤板为倾斜状，且滤板为耐腐蚀、化学稳定性好的橡胶材质，一号板带动凸块运动至滤网位置时，滤板远离塔体内壁的一端接触并刮动一号板和凸块表面，将一号板和凸块表面的杂质刮除，位于相邻凸块之间空隙位置的滤板在刮擦一号板后伸入相邻凸块之间的空隙部分，将相邻凸块之间空隙部分的杂质刮除，增加一号板和凸块表面的清洁程度，从而增加筛板表面的清洁程度，防止一号板带动凸块再次接触筛板时，一号板和凸块上遗留的杂质对筛板进行二次污染，降低筛板表面的清洁程度；滤板将一号板和凸块上的杂质刮除后，由于滤板为倾斜设置，杂质受滤板倾斜表面的导向作用掉落至滤网表面，增加滤板的清洁程度。

[0016] 优选的，所述凸块远离一号板的一端设置有滚珠，且滚珠与凸块转动连接。

[0017] 使用时，通过设置滚珠，且滚珠与凸块转动连接，一号板带动凸块运动，凸块带动滚珠运动至塔体内壁位置时，滚珠接触塔体内壁并沿着塔体内壁运动，塔体内壁挤压滚珠，滚珠带动一号板向转动轴方向运动，一号板带动伸缩杆收缩，使得凸块与塔体内壁之间滑动摩擦变为滚动摩擦，降低凸块与塔体内壁之间的摩擦力，从而保护塔体内壁和凸块，增加

填料塔的零部件的使用寿命，从而增加填料塔的工作效率，进而增加草酸二甲酯的合成效率，防止填料塔零部件使用寿命过短，导致在工作期间频繁停机更换，降低草酸二甲酯的合成效率。

[0018] 一种草酸二甲酯合成工艺，该工艺适用于上述任意所述草酸二甲酯合成装置，且该工艺包括以下步骤：

[0019] S1：用羰化反应的原料一氧化碳作为气体搅拌，亚硝酸钠与稀硝酸在制备反应器中充分反应制得一氧化氮，与搅拌用的一氧化碳一起补充到填料塔内进行酯化反应，启动填料塔，循环单元将液体通过管道输送至液体分布器内，将气体通过塔体中的进气管输入塔体底部，气体在塔体向塔顶方向运动直至接触填料，气液两相密切接触进行反应；

[0020] S2：电机带动蜗杆运动，蜗杆与转动轴通过螺纹啮合传动，蜗杆带动转动轴运动转动轴带动伸缩杆运动，伸缩杆带动一号板运动，一号板远离伸缩杆的一端刮擦筛板表面，一号板表面的杂质刮除后掉落在滤网上；工作人员将一号门向塔顶方向推动将滤网上的杂质进行收集；气体反应后向塔顶方向运动，除沫单元将气体除沫处理后气体通过出气管排出；

[0021] S3：由填料塔顶部出来的气体经气体净化器处理，除去杂质组份后与原料CO混合进入羰化反应器；从羰化反应器出来的物料进入甲醇洗涤塔，利用液态甲醇将混合气中草酸二甲酯洗净，甲醇洗涤塔顶部出来的混合气经过汽液分离器分离，从甲醇洗涤塔底部出来的物料进入草酸二甲酯精制塔，塔底得到草酸二甲酯产品。

[0022] 本发明的有益效果如下：

[0023] 1.本发明所述的一种草酸二甲酯合成装置及其工艺，通过设置塔体内壁靠近填料部分为波浪状，部分液体沿塔体内壁波浪部分流速降低，塔体内壁上的液体流速缓慢，使得液体流向填料表面流量增加，从而增加原料气与液体之间的反应程度，进而增加草酸二甲酯的合成效率。

[0024] 2.本发明所述的一种草酸二甲酯合成装置及其工艺，通过设置一号板，蜗杆带动转动轴运动，转动轴带动伸缩杆运动，伸缩杆带动一号板运动，一号板将掉落在筛板表面的杂质进行刮动，一号板刮动杂质沿筛板表面运动至筛板与塔体内壁之间的空隙位置，杂质通过筛板与塔体内壁之间的空隙掉落至滤网表面，增加筛板的清洁程度，从而增加液体流动效果，进而增加草酸二甲酯的合成效率。

附图说明

[0025] 下面结合附图对本发明作进一步说明。

[0026] 图1是本发明中合成工艺流程图；

[0027] 图2是本发明中合成装置的立体图；

[0028] 图3是本发明中合成装置的一种结构示意图；

[0029] 图4是本发明中合成装置的另一种结构示意图；

[0030] 图5是图3中A处的局部放大图；

[0031] 图6是图4中B处的局部放大图；

[0032] 图7是本发明中筛板的立体图；

[0033] 图中：塔体1、电机11、循环单元12、除沫单元13、液体分布器14、压料板15、支撑板16、填料17、蜗杆18、转动轴2、伸缩杆21、一号板22、凸块23、滚珠24、筛板3、筛孔31、滤网32、

滤板33、一号门4。

具体实施方式

[0034] 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，下面结合具体实施方式，进一步阐述本发明。

[0035] 如图1至图7所示，本发明所述的一种草酸二甲酯合成装置及其工艺，该草酸二甲酯合成装置包括塔体1、电机11和循环单元12；所述塔体1一侧安装有循环单元12，且塔体1相邻循环单元12的位置安装有电机11，塔体1底部固连有出液管，塔体1顶部固连有出气管，塔体1相对循环单元12的位置固连有进气管；所述塔体1内位于顶部位置固连有除沫单元13，且塔体1内靠近除沫单元13位置固连有液体分布器14，塔体1内均匀固连有压料板15，塔体1内远离塔顶位置均匀固连有支撑板16，相邻压料板15和支撑板16之间均盛有填料17；所述塔体1内壁位于相邻填料17之间均转动连接有转动轴2，且转动轴2的一端位于塔体1外；所述电机11的输出端固连有蜗杆18，且转动轴2远离塔体1的一端与蜗杆18通过涡轮连接；所述转动轴2位于塔体1中心位置均匀固连有一组伸缩杆21，且伸缩杆21远离转动轴2的一端固连有一号板22，一号板22为弧形设置；所述塔体1内相邻转动轴2和压料板15之间均固连有筛板3，且筛板3远离电机11的部分与塔体1内壁设置有间隙，筛板3上均匀开设有一组方形的筛孔31；所述塔体1内筛板3远离电机11的部分与塔体1内壁之间设置有滤网32，塔体1内位于滤网32与塔顶之间均匀固连有一组滤板33，滤板33靠近滤网32位置，相邻滤板33之间为紧密贴合状态；所述塔体1内位于滤板33和滤网32之间部分设置有一号门4，且一号门4与塔体1外表面滑动连接；所述塔体1内壁靠近填料17部分为波浪状。

[0036] 使用时，在利用一氧化氮制取并羰化合成草酸二甲酯过程中，将原料气进行酯化、羰化和洗涤，最终合成草酸二甲酯，其中本发明使用填料塔实现草酸二甲酯合成步骤中的酯化反应；在酯化合成草酸二甲酯时，启动填料塔，循环单元12将液体通过管道输送至液体分布器14内，液体分布器14将液体降淋在塔体1内部，液体向塔底方向流动直至接触填料17表面，将原料气通过塔体1中的进气管输入塔体1底部，气体在塔体1向塔顶方向运动直至接触填料17，在填料17表面上，气液两相密切接触进行反应，由于塔体1内壁靠近填料17部分为波浪状，部分液体沿塔体1内壁波浪部分流速降低，塔体1内壁上的液体流速缓慢，使得液体流向填料17表面流量增加，从而增加原料气与液体之间的反应程度，进而增加草酸二甲酯的合成效率，避免由于塔体1内部位于填料17位置的内壁光滑，导致液体在塔体1内壁上的流动速度增加，造成大量液体沿塔体1内壁走短路而减少液体在填料17表面流动的现象；液体流经填料17后，填料17受液体流动冲刷影响，部分小体积填料17穿过支撑板16掉落在筛板3表面，本发明中的压料板15和支撑板16为填料塔中常规的压料板15和支撑板16，液体流经筛板3表面通过筛孔31再分布后向塔体1流动，通过设置一号板22，电机11带动蜗杆18运动，本发明中的电机11为常规减速电机11，蜗杆18通过涡轮与转动轴2形成涡轮蜗杆结构，使得蜗杆18通过涡轮带动转动轴2进行运动，转动轴2带动伸缩杆21运动，伸缩杆21带动一号板22运动，一号板22远离伸缩杆21的一端刮擦筛板3表面，伸缩杆21受力收缩，一号板22将掉落在筛板3表面的杂质进行刮动，一号板22刮动杂质沿筛板3表面运动至筛板3与塔体1内壁之间的空隙位置，杂质通过筛板3与塔体1内壁之间的空隙掉落至滤网32表面，增加筛板3的清洁程度，从而增加液体流动效果，进而增加草酸二甲酯的合成效率，避免筛板3上

的杂质堆积过多导致筛孔31堵塞，从而造成淹塔现象，降低草酸二甲酯的合成效率；一号板22刮动杂质时，一号板22将筛板3上的液体刮动，加速筛板3上液体的运动效果，从而增加液体流经筛板3后再流向填料17的均匀程度，增加气液反应的均匀性，增加草酸二甲酯的合成效果；一号板22经过筛板3与塔体1内壁之间的空隙位置后，一号板22表面接触滤板33，滤板33远离塔体1内壁的一端位于筛板3与塔体1内壁之间空隙的中间部分，滤板33远离塔体1内壁的一端刮动一号板22表面，将一号板22表面沾附的杂质刮除，增加一号板22表面的清洁程度，从而增加筛板3表面的清洁程度，防止一号板22再次接触筛板3，一号板22表面的杂质对筛板3进行二次污染；一号板22表面的杂质刮除后掉落在滤网32上，在填料塔长时间连续工作结束后，工作人员将一号门4向塔顶方向推动从而打开塔体1位于滤网32位置的部分，工作人员将滤网32上的杂质进行收集，增加塔体1内的清洁程度；工作人员松开一号门4，一号门4沿塔体1表面下滑至将塔体1掩盖后一号门4静止；气体反应后向塔顶方向运动直至接触除沫单元13，除沫单元13将气体除沫处理后气体通过出气管排出。

[0037] 作为本发明的一种实施方式，所述一号板22对应筛孔31位置均匀固连有一组凸块23；在一号板22接触筛板3时，凸块23远离伸缩杆21的一端伸出筛孔31。

[0038] 使用时，通过设置凸块23，转动轴2带动伸缩杆21运动，伸缩杆21带动一号板22运动，一号板22带动凸块23运动，在一号板22运动至接触筛板3时，一号板22带动凸块23运动直至伸入筛孔31内，且凸块23远离伸缩杆21的一端伸出筛孔31，转动轴2带动伸缩杆21继续运动，伸缩杆21带动一号板22沿着筛板3表面运动，一号板22受筛板3挤压带动伸缩杆21向转动轴2方向运动，一号板22带动凸块23在筛孔31内运动，凸块23朝向滤网32的一侧刮动筛孔31内壁，将筛孔31内的杂质刮除，增加筛孔31的清洁程度，从而从而增加液体流动效果，进而增加草酸二甲酯的合成效率，避免筛板3上的杂质堆积过多导致筛孔31堵塞，从而造成淹塔现象，降低草酸二甲酯的合成效率。

[0039] 作为本发明的一种实施方式，所述筛孔31为锥形设置，且筛孔31靠近滤网32的一端位于滤网32上方。

[0040] 使用时，通过设置筛孔31为锥形，筛孔31中孔径小的一端朝向塔体1底部，筛孔31中孔径大的一端朝向塔体1顶部，筛孔31孔径小于支撑板16和压料板15中液体通过的孔径，当杂质掉落在筛板3上时，杂质沿着筛孔31内壁导向向筛孔31中心运动，从而使得杂质在筛孔31的部分位置形成少量堆积，一号板22带动凸块23将筛孔31部分位置堆积的杂质进行刮除，减少填料17中的杂质，从而增加液体流动效果，进而增加草酸二甲酯的合成效率；一号板22和凸块23带动杂质在筛板3表面和筛孔31内运动，由于筛孔31靠近滤网32的一端位于滤网32上方，筛孔31内的杂质运动至筛孔31靠近滤网32的一端，筛孔31中的杂质掉落在滤网32表面，增加筛孔31中杂质的清洁效果，避免滤网32水平位置高于筛孔31靠近滤网32的一端，导致筛孔31的部分杂质被滤网32边缘阻挡遗留在筛孔31内，降低筛孔31内的清洁程度。

[0041] 作为本发明的一种实施方式，所述一号板22靠近滤网32的一侧为弧形设置。

[0042] 使用时，转动轴2带动伸缩杆21运动，伸缩杆21带动一号板22运动，一号板22运动至筛板3位置时，一号板22的弧形表面接触筛板3表面，一号板22的弧形表面刮擦筛板3表面将筛板3表面的杂质刮除，一号板22的弧形表面带动杂质运动时，由于设置一号板22靠近滤网32的一侧为弧形，杂质受一号板22的弧形表面导向作用，沿着一号板22的弧形表面向靠

近筛板3方向运动，增加一号板22的清洁程度，从而增加筛板3表面的清洁程度，防止一号板22带动杂质沿筛板3表面向滤网32方向运动时，杂质沿着一号板22朝向滤网32方向的一侧运动至一号板22表面，降低一号板22表面的清洁程度。

[0043] 作为本发明的一种实施方式，所述滤板33为倾斜设置，且滤板33为橡胶材质。

[0044] 使用时，通过设置滤板33为倾斜状，且滤板33为耐腐蚀、化学稳定性好的橡胶材质，一号板22带动凸块23运动至滤网32位置时，滤板33远离塔体1内壁的一端接触并刮动一号板22和凸块23表面，将一号板22和凸块23表面的杂质刮除，位于相邻凸块23之间空隙位置的滤板33在刮擦一号板22后伸入相邻凸块23之间的空隙部分，将相邻凸块之间空隙部分的杂质刮除，增加一号板22和凸块23表面的清洁程度，从而增加筛板3表面的清洁程度，防止一号板22带动凸块23再次接触筛板3时，一号板22和凸块23上遗留的杂质对筛板3进行二次污染，降低筛板3表面的清洁程度；滤板33将一号板22和凸块23上的杂质刮除后，由于滤板33为倾斜设置，杂质受滤板33倾斜表面的导向作用掉落至滤网32表面，增加滤板33的清洁程度。

[0045] 作为本发明的一种实施方式，所述凸块23远离一号板22的一端设置有滚珠24，且滚珠24与凸块23转动连接。

[0046] 使用时，通过设置滚珠24，且滚珠24与凸块23转动连接，一号板22带动凸块23运动，凸块23带动滚珠24运动至塔体1内壁位置时，滚珠24接触塔体1内壁并沿着塔体1内壁运动，塔体1内壁挤压滚珠24，滚珠24带动一号板22向转动轴2方向运动，一号板22带动伸缩杆21收缩，使得凸块23与塔体1内壁之间滑动摩擦变为滚动摩擦，降低凸块23与塔体1内壁之间的摩擦力，从而保护塔体1内壁和凸块23，增加填料塔的零部件的使用寿命，从而增加填料塔的工作效率，进而增加草酸二甲酯的合成效率，防止填料塔零部件使用寿命过短，导致在工作期间频繁停机更换，降低草酸二甲酯的合成效率。

[0047] 一种草酸二甲酯合成工艺，该工艺适用于上述任意所述草酸二甲酯合成装置，且该工艺包括以下步骤：

[0048] S1：用羰化反应的原料一氧化碳作为气体搅拌，亚硝酸钠与稀硝酸在制备反应器中充分反应制得一氧化氮，与搅拌用的一氧化碳一起补充到填料塔内进行酯化反应，启动填料塔，循环单元12将液体通过管道输送至液体分布器14内，将气体通过塔体1中的进气管输入塔体1底部，气体在塔体1向塔顶方向运动直至接触填料17，气液两相密切接触进行反应；

[0049] S2：电机11带动蜗杆18运动，蜗杆18与转动轴2通过螺纹啮合传动，蜗杆18带动转动轴2运动转动轴2带动伸缩杆21运动，伸缩杆21带动一号板22运动，一号板22远离伸缩杆21的一端刮擦筛板3表面，一号板22表面的杂质刮除后掉落在滤网32上；工作人员将一号门4向塔顶方向推动将滤网32上的杂质进行收集；气体反应后向塔顶方向运动，除沫单元13将气体除沫处理后气体通过出气管排出；

[0050] S3：由填料塔顶部出来的气体经气体净化器处理，除去杂质组份后与原料CO混合进入羰化反应器；从羰化反应器出来的物料进入甲醇洗涤塔，利用液态甲醇将混合气中草酸二甲酯洗净，甲醇洗涤塔顶部出来的混合气经过汽液分离器分离，从甲醇洗涤塔底部出来的物料进入草酸二甲酯精制塔，塔底得到草酸二甲酯产品。

[0051] 具体工作流程如下：

[0052] 启动填料塔，循环单元12将液体通过管道输送至液体分布器14内，液体分布器14将液体降淋在塔体1内部，液体向塔底方向流动直至接触填料17表面，将原料气通过塔体1中的进气管输入塔体1底部，气体在塔体1向塔顶方向运动直至接触填料17，在填料17表面上，气液两相密切接触进行反应，部分液体沿塔体1内壁波浪部分流速降低，塔体1内壁上的液体流速缓慢；液体流经填料17后，填料17受液体流动冲刷影响，部分小体积填料17穿过支撑板16掉落在筛板3表面，液体流经筛板3表面通过筛孔31再分布后向塔体1流动，电机11带动蜗杆18运动，蜗杆18与转动轴2通过螺纹啮合传动，蜗杆18带动转动轴2运动转动轴2带动伸缩杆21运动，伸缩杆21带动一号板22运动，一号板22远离伸缩杆21的一端刮擦筛板3表面，伸缩杆21受力收缩，一号板22将掉落在筛板3表面的杂质进行刮动，一号板22刮动杂质沿筛板3表面运动至筛板3与塔体1内壁之间的空隙位置，杂质通过筛板3与塔体1内壁之间的空隙掉落至滤网32表面；一号板22经过筛板3与塔体1内壁之间的空隙位置后，一号板22表面接触滤板33，滤板33远离塔体1内壁的一端位于筛板3与塔体1内壁之间空隙的中间部分，滤板33远离塔体1内壁的一端刮动一号板22表面，将一号板22表面沾附的杂质刮除；一号板22表面的杂质刮除后掉落在滤网32上，在填料塔长时间连续工作结束后，工作人员将一号门4向塔顶方向推动从而打开塔体1位于滤网32位置的部分，工作人员将滤网32上的杂质进行收集；气体反应后向塔顶方向运动直至接触除沫单元13，除沫单元13将气体除沫处理后气体通过出气管排出；在一号板22运动至接触筛板3时，一号板22带动凸块23运动直至伸入筛孔31内，且凸块23远离伸缩杆21的一端伸出筛孔31，转动轴2带动伸缩杆21继续运动，伸缩杆21带动一号板22沿着筛板3表面运动，一号板22受筛板3挤压带动伸缩杆21向转动轴2方向运动，一号板22带动凸块23在筛孔31内运动，凸块23朝向滤网32的一侧刮动筛孔31内壁，将筛孔31内的杂质刮除；凸块23带动滚珠24运动至塔体1内壁位置时，滚珠24接触塔体1内壁并沿着塔体1内壁运动，塔体1内壁挤压滚珠24，滚珠24带动一号板22向转动轴2方向运动，一号板22带动伸缩杆21收缩，使得凸块23与塔体1内壁之间滑动摩擦变为滚动摩擦。

[0053] 上述前、后、左、右、上、下均以说明书附图中的图2为基准，按照人物观察视角为标准，装置面对观察者的一面定义为前，观察者左侧定义为左，依次类推。

[0054] 在本发明的描述中，需要理解的是，术语“中心”、“纵向”、“横向”、“前”、“后”、“左”、“右”、“竖直”、“水平”、“顶”、“底”“内”、“外”等指示的方位或位置关系为基于附图所示的方位或位置关系，仅是为了便于描述本发明和简化描述，而不是指示或暗示所指的装置或元件必须具有特定的方位、以特定的方位构造和操作，因此不能理解为对本发明保护范围的限制。

[0055] 以上显示和描述了本发明的基本原理、主要特征和优点。本行业的技术人员应该了解，本发明不受上述实施例的限制，上述实施例和说明书中描述的只是说明本发明的原理，在不脱离本发明精神和范围的前提下，本发明还会有各种变化和改进，这些变化和改进都落入要求保护的本发明范围内。本发明要求保护范围由所附的权利要求书及其等效物界定。

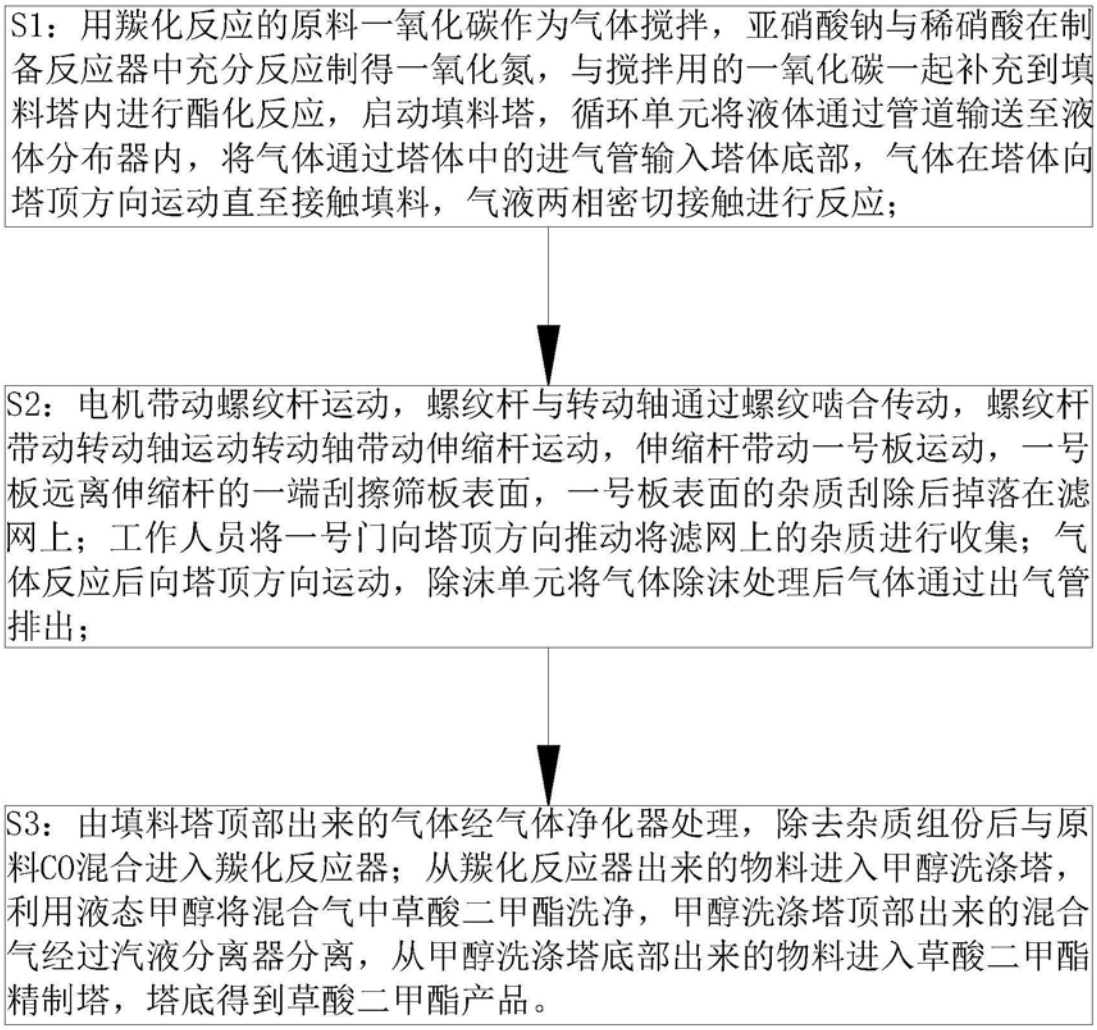

S1：用羰化反应的原料一氧化碳作为气体搅拌，亚硝酸钠与稀硝酸在制备反应器中充分反应制得一氧化氮，与搅拌用的一氧化碳一起补充到填料塔内进行酯化反应，启动填料塔，循环单元将液体通过管道输送至液体分布器内，将气体通过塔体中的进气管输入塔体底部，气体在塔体向塔顶方向运动直至接触填料，气液两相密切接触进行反应；
S2：电机带动螺纹杆运动，螺纹杆与转动轴通过螺纹啮合传动，螺纹杆带动转动轴运动转动轴带动伸缩杆运动，伸缩杆带动一号板运动，一号板远离伸缩杆的一端刮擦筛板表面，一号板表面的杂质刮除后掉落在滤网上；工作人员将一号门向塔顶方向推动将滤网上的杂质进行收集；气体反应后向塔顶方向运动，除沫单元将气体除沫处理后气体通过出气管排出；
S3：由填料塔顶部出来的气体经气体净化器处理，除去杂质组份后与原料CO混合进入羰化反应器；从羰化反应器出来的物料进入甲醇洗涤塔，利用液态甲醇将混合气中草酸二甲酯洗净，甲醇洗涤塔顶部出来的混合气经过汽液分离器分离，从甲醇洗涤塔底部出来的物料进入草酸二甲酯精制塔，塔底得到草酸二甲酯产品。

图1

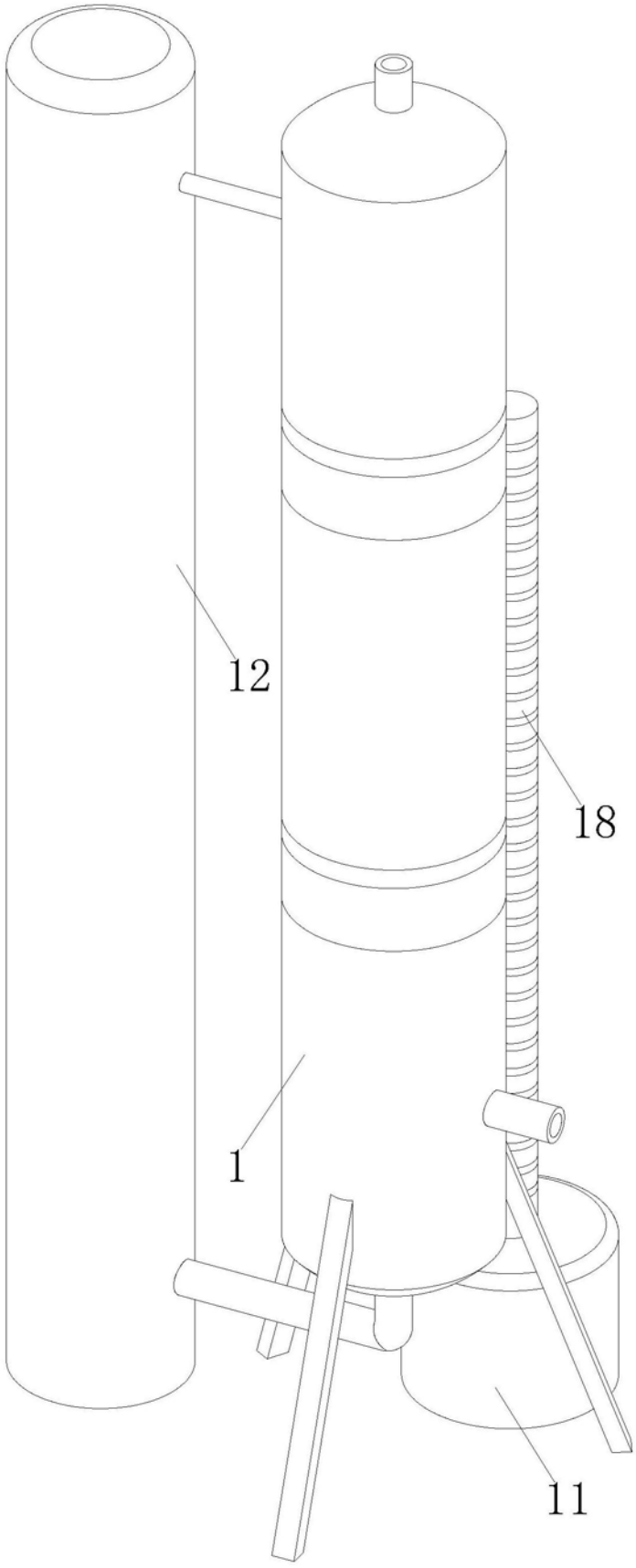


图2

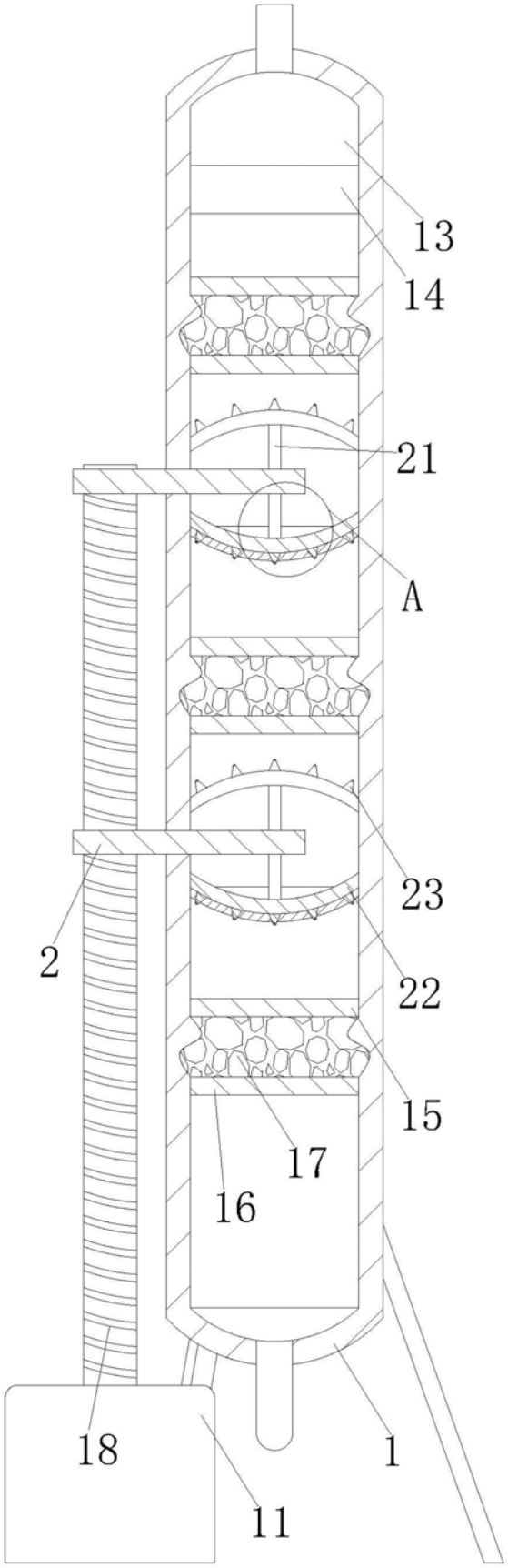


图3

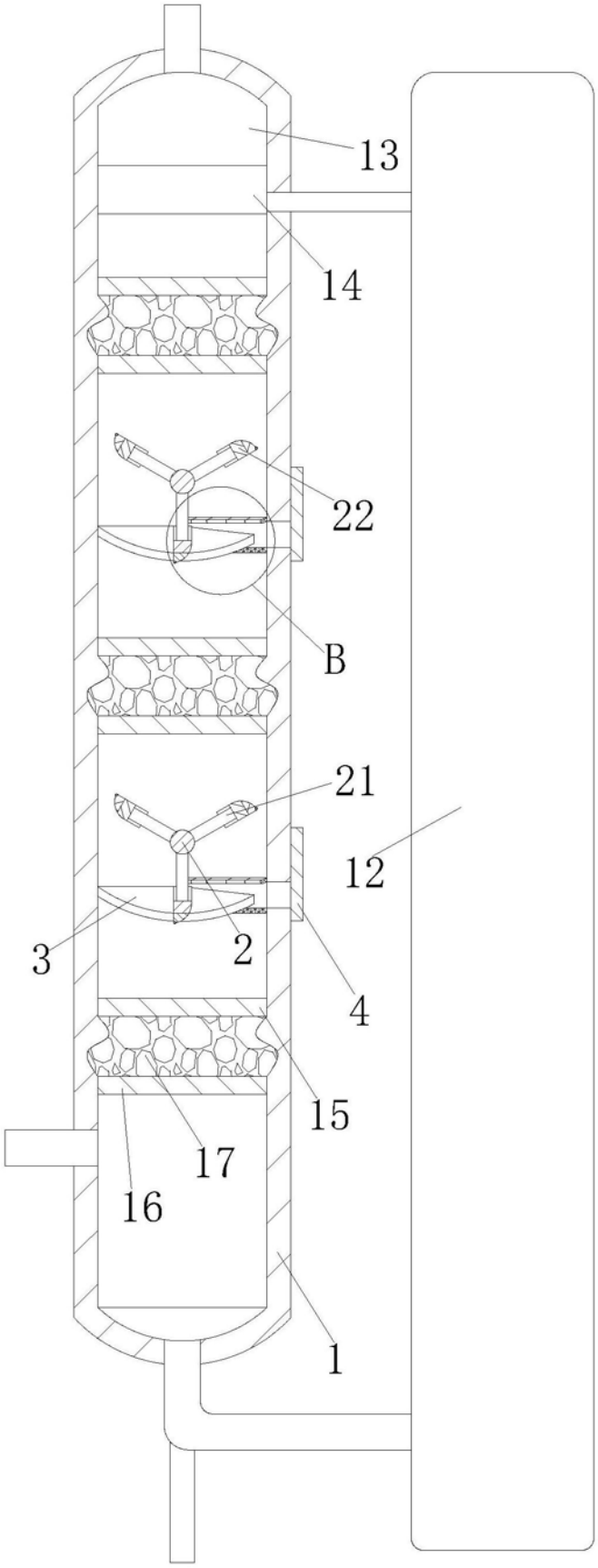


图4

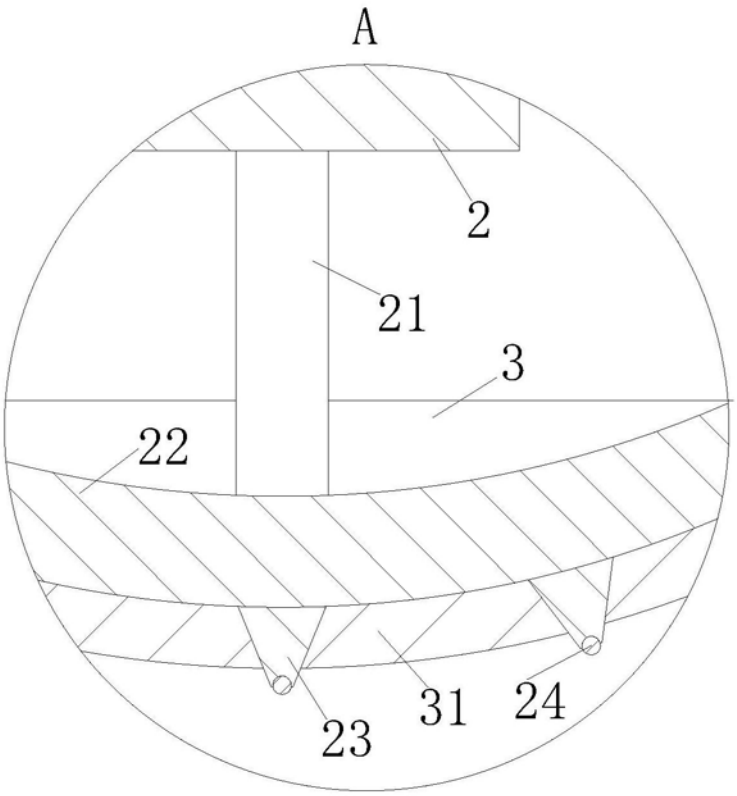


图5

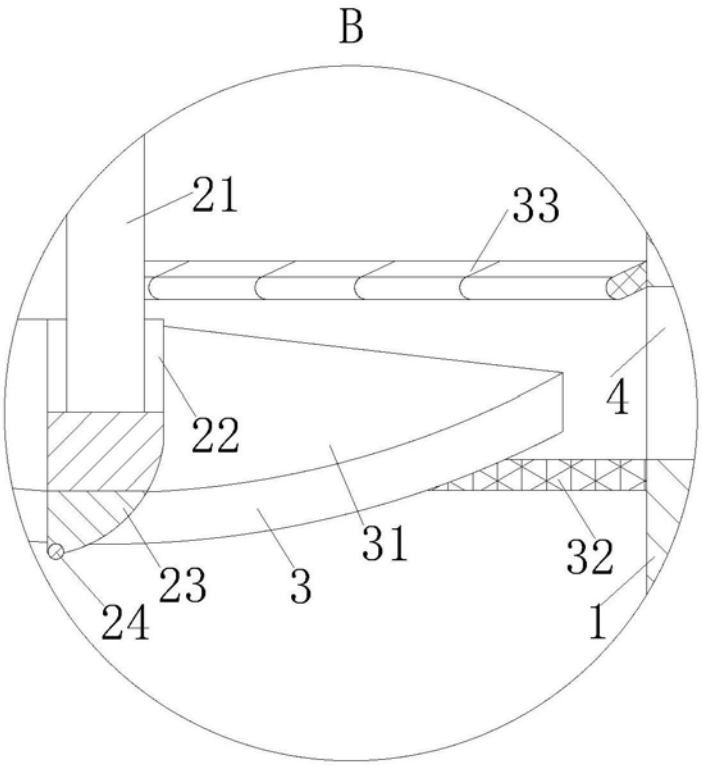


图6

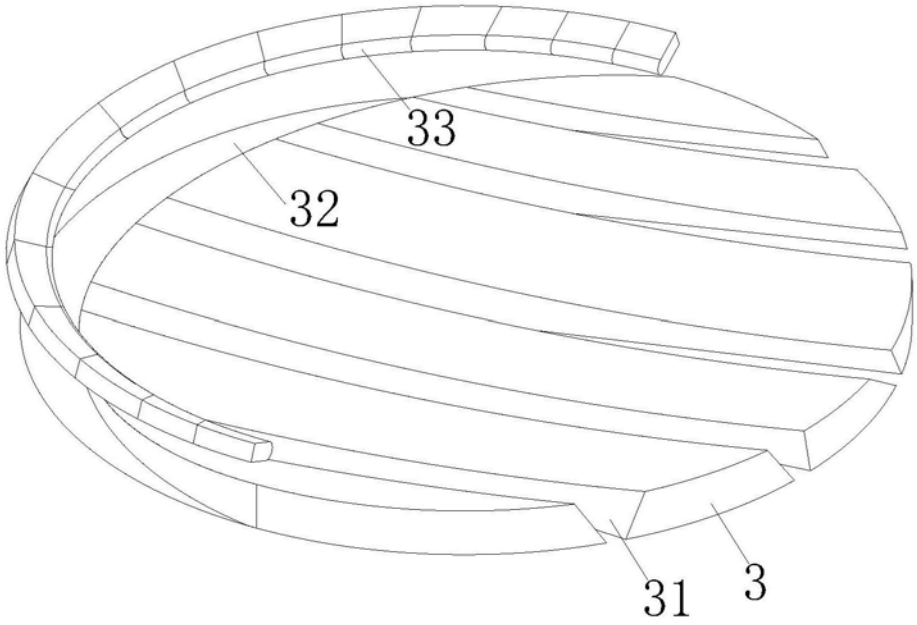


图7