

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



# [12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200810052018.0

[51] Int. Cl.

C07C 22/00 (2006.01)

C07C 15/06 (2006.01)

C07C 7/04 (2006.01)

C07C 17/383 (2006.01)

B01J 19/32 (2006.01)

[43] 公开日 2008年7月16日

[11] 公开号 CN 101219927A

[22] 申请日 2008.1.7

[21] 申请号 200810052018.0

[71] 申请人 天津大学

地址 300072 天津市南开区卫津路 92 号天津大学

[72] 发明人 黄国强 王红星 华超 杨汉斌  
陈宁 李鑫钢

[74] 专利代理机构 天津市北洋有限责任专利代理事务所

代理人 王丽

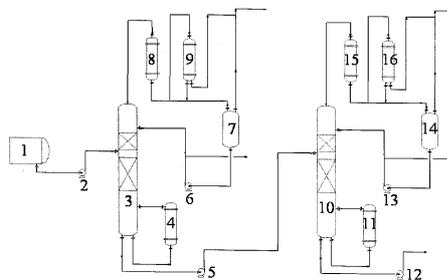
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

## [54] 发明名称

氯化苄规整填料塔连续分离方法和装置

## [57] 摘要

本发明的氯化苄串行精制分离装置，包括经甲苯精馏塔和氯化苄精馏塔；其特征是甲苯精馏塔和氯化苄精馏塔，均为规整填料塔，两塔上均设置有二级冷凝器，二级冷凝器串联后一端接塔顶出口，一端接回流罐，回流罐上接真空装置，塔底设有再沸器。它采用两个规整填料塔串行工艺，均采用负压操作，在生产高纯度氯化苄的同时，充分回收循环利用没有完全反应的甲苯。采用的连续工艺其优势在于物料出料稳定，物料在塔内停留时间短，产品质量稳定，单位能耗低，减少了操作时间，生产能力大。规整填料塔，理论塔板数高，物料出料所需回流比小，所需要的能耗低，生产成本大大降低。



1. 一种氯化苄规整填料塔连续分离装置，包括经甲苯精馏塔和氯化苄精馏塔；其特征是甲苯精馏塔和氯化苄精馏塔均为规整填料塔，两塔上分别设置有二级冷凝器，二级冷凝器串联后一端接各自的塔顶出口，一端接各自的回流罐，各自的回流罐上接真空装置，各塔底设置有再沸器。
2. 如权利要求 1 所述的氯化苄规整填料塔连续分离装置，其特征是所述的甲苯精馏塔和氯化苄精馏塔内采用孔板金属波纹填料。
3. 如权利要求 1 所述的氯化苄规整填料塔连续分离装置，其特征是所述的甲苯精馏塔设置有侧线采出口。
4. 权利要求 1 的氯化苄规整填料塔连续分离装置的操作方法，其特征是甲苯精馏塔压力控制在 5~50KPa，塔顶温度控制在 30~100℃；氯化苄精馏塔压力控制在 5~50KPa，塔顶温度控制在 40~150℃。

## 氯化苄规整填料塔连续分离方法和装置

### 技术领域

本发明涉及精细化工分离技术领域，具体是氯化苄规整填料塔连续分离方法和装置。

### 背景技术

氯化苄又称苄基氯、氯化甲苯，无色透明液体，能与氯仿、醇及醚混溶，不溶于水，有不愉快的刺激性气味。它是医药、染料、农药、合成香料、增塑剂及表面活性剂的重要中间体，以氯化苄为原料可合成上百种有用的化学品。

氯化苄是以苯基侧链直接氯化而制得，由于各厂家的控制、生产方法不同，主要的副产物为二氯苄和三氯苄；如果条件控制不好，还会有邻氯氯苄和对氯氯苄产生，增加了氯化苄的分离难度及成本。氯化苄的主要生产过程有甲苯的氯化及尾气处理、氯化苄的精馏等。由于氯化苄是氯碱生产厂家平衡氯气的一种重要产品，国内的生产工艺以下列几种为主：玻璃柱串联连续氯化法，釜式光照氯化法，提馏氯化法，精馏氯化法。上述四种方法中，玻璃柱串联连续氯化法和釜式光照氯化法是一种间歇氯化、间歇精馏的间歇生产法，其优点是质量稳定、易控制，但是产能小、效率低；提馏氯化法和精馏氯化法是一种连续化的生产方法，但受国内设备材质抗腐蚀性能差、自控硬件不过关等因素的影响，使产品质量经常出现问题。

### 发明内容

本发明的目的，是提供一种降低能耗、提高产品质量和收率的连续氯化苄精制分离方法及装置。它采用两个规整填料塔串行工艺，均采用负压操作，在生产高纯度氯化苄的同时，充分回收循环利用没有完全反应的甲苯。采用的连续工艺其优势在于物料出料稳定，物料在塔内停留时间短，产品质量稳定，单位能耗低，减少了操作时间，生产能力大。规整填料塔，理论塔板数高，物料出料所需回流比小，所需要的能耗低，生产成本大大降低。

本发明的技术如下：

本发明的氯化苄规整填料塔连续分离装置，包括经甲苯精馏塔和氯化苄精馏塔；甲苯精馏塔和氯化苄精馏塔均为规整填料塔，两塔上分别设置有二级冷凝器，二级冷凝器串联后一端接各自的塔顶出口，一端接各自的回流罐，各自的回流罐上接真空装置，各塔底设置有再沸器。

所述的甲苯精馏塔和氯化苄精馏塔内采用孔板金属波纹填料。

所述的甲苯精馏塔设置有侧线采出口。

本发明的氯化苄规整填料塔连续分离装置的操作方法，甲苯精馏塔压力控制在 5~50KPa，塔顶温度控制在 30~100℃；氯化苄精馏塔压力控制在 5~50KPa，塔顶温度控制在 40~150℃。

所述的两塔采用规整填料塔，填料为金属板波纹填料，比表面积为 150~500m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>，各

填料段采用栅板式填料压圈及栅板式填料支承对填料进行限位和支承。

所述的塔内填料顶部采用多排孔防堵槽式液体分布器，各段填料之间采用槽式气液再分布器。

氯化苄精制分离装置的操作方法，其特征是由反应工段得到的产物主要含有氯化苄、甲苯及少量副产物，在氯化苄分离工段设中间储罐收集粗产物，而后进入甲苯分离塔由塔顶分离出甲苯，塔底物料进入氯化苄分离塔由塔顶分离出氯化苄产品，塔底物料进入残液罐。如果反应来料出现氯甲苯超标的情况，则需在甲苯分离塔进行侧线出料以保证氯化苄产品质量，侧线采出邻氯甲苯及少量氯化苄去残液处理单元。因此甲苯分离塔的设备设计中留有侧线采出口。

所述的甲苯精馏塔压力控制在5~50KPa，塔顶温度控制在30~100℃。

所述的氯化苄精馏塔压力控制在5~50KPa，塔顶温度控制在40~150℃。

本发明的优点是：

- (1) 采用二塔串行附加间歇分离流程，在生产纯度99.5%以上的氯化苄的同时回收纯度大于98%的甲苯，其中氯化苄的收率在95%以上
- (2) 填料是天津大学研制的规整填料，具有大通量、低压降、防堵塞、分离效率高的特点。
- (3) 塔顶采用槽式液体分布器，具有塔内空间占用低，液体分布均匀，压降小，便于安装，现场焊接工作量较小，且不存在漏液隐患等特点。各段填料之间采用槽式气液再分布器，能够对液体进行收集再分布，同时对气相进行分布，该结构空间占位低，具有良好的分布效果、抗夹带且压降较低。
- (4) 采用新型规整填料塔，比散堆填料塔以及板式塔相比能够大大降低能耗。与间歇流程相比，单位能耗可降低30%~40%。

### 附图说明

图1：本发明的流程示意图；

其中：1为反应产品中间储罐，2为反应产品进料泵，3为甲苯精馏塔，4为甲苯精馏塔再沸器，5为粗氯化苄进料泵，6为甲苯精馏塔回流泵，7为甲苯精馏塔回流罐，8为甲苯精馏塔冷凝器-1，9为甲苯精馏塔冷凝器-2，10为氯化苄精馏塔，11为氯化苄精馏塔再沸器，12为残液泵，13为氯化苄精馏塔回流泵，14为氯化苄精馏塔回流罐，15为氯化苄精馏塔冷凝器-1，16为氯化苄精馏塔冷凝器-2。

### 具体实施方式

下面根据附图对本发明作更进一步的详细说明：

如图1所示：甲苯精馏塔3和氯化苄精馏塔10均为规整填料塔，规整填料为孔板金属波纹填料。甲苯精馏塔3上设置有二级冷凝器，即甲苯精馏塔冷凝器-1（8）和甲苯精馏塔冷

凝器-2 (9), 二级冷凝器串联后一端接塔顶出口, 一端接甲苯精馏塔回流罐7, 回流罐上接真空装置, 下端接甲苯精馏塔回流泵6, 甲苯精馏塔3塔底设有甲苯精馏塔再沸器4。氯化苄精馏塔10上设置有二级冷凝器, 即氯化苄精馏塔冷凝器-1 (15), 氯化苄精馏塔冷凝器-2 (16), 二级冷凝器串联后一端接塔顶出口, 一端接氯化苄精馏塔回流罐14, 回流罐上接真空装置, 下端接氯化苄精馏塔回流泵13, 氯化苄精馏塔10塔底设有氯化苄精馏塔再沸器11。由反应工段得到的产物主要含有氯化苄、甲苯及少量副产物, 在氯化苄分离工段设反应产品中间储罐1收集粗产物, 而后有反应产品进料泵2打入甲苯精馏塔3由塔顶分离出甲苯, 塔底物料由粗氯化苄进料泵5进入氯化苄精馏塔由塔顶分离出氯化苄产品, 塔底物料由残液泵12进入残液罐。甲苯精馏塔3压力控制在5~50KPa, 使得温度塔顶温度控制在30~100℃; 氯化苄精馏塔10压力控制在5~50KPa, 塔顶温度控制在40~150℃。两塔在此压力范围内分离物系的相对挥发度较大, 分离所需理论板数和回流比减小, 由于本工艺使用了天津大学TUPAC高效板波纹填料, 使得塔高降低30%、塔径减小10%, 节省了设备投资, 降低了压降, 同时降低了塔底温度, 因此节约了能耗。本工艺回收的甲苯浓度可达到98%以上, 相对间歇工艺减少了过渡馏分损失, 因此回收率可以达到98%以上, 氯化苄产品浓度达到99.5%以上, 收率为95%以上。相对于间歇工艺节能30~40%。

本发明提出的一种用于氯化苄规整填料塔连续分离方法和装置, 已通过实施例进行了描述, 相关技术人员明显能在不脱离本发明内容、精神和范围内对本文所述的装置和制作方法进行改动或适当变更与组合, 来实现本发明技术。特别需要指出的是, 所有相类似的替换和改动对本领域技术人员来说是显而易见的, 他们都被视为包括在本发明精神、范围和内容中。

