(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)实用新型专利

(10)授权公告号 CN 215781663 U
(45)授权公告日 2022.02.11

(21)申请号 202120926405.3

(22)申请日 2021.04.30

(73)专利权人 浙江长征化工有限公司
地址 312369 浙江省绍兴市杭州湾上虞经济技术开发区纬五路5号

(72)发明人 阮国涛 金永辉 荆永辉 赵锋

(74)专利代理机构 北京林达刘知识产权代理事务所(普通合伙) 11277
代理人 刘新宇 张会华

(51)Int.Cl.
B01D 11/04(2006.01)

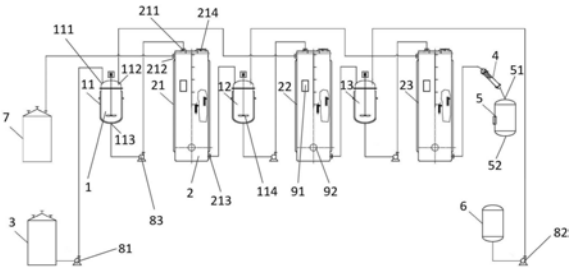
权利要求书2页 说明书6页 附图1页

(54)实用新型名称

硝化废酸的连续萃取装置

(57)摘要

本申请提供了一种硝化废酸的连续萃取装置。该硝化废酸的连续萃取装置包括废酸储存罐、混合釜、分层柱和废酸接收罐。废酸储存罐用于储存待萃取的废酸。硝化废酸的连续萃取装置包括n个混合釜和n个分层柱，废酸储存罐、混合釜、分层柱、废酸接收罐依次连接，实现废酸的n级萃取过程，n为整数，且n满足1≤n≤10。当n＞1时，混合釜和分层柱交替设置在废酸储存罐和废酸接收罐之间。当n＝1时，废酸接收罐的萃取后废酸出料口连接于混合釜的废酸入口和/或分层柱的混合液入口，废酸储存罐连接于混合釜的废酸入口，使得废酸能被循环连续萃取。



CN 215781663 U

1.一种硝化废酸的连续萃取装置,其特征在于,所述硝化废酸的连续萃取装置包括:

废酸储存罐,所述废酸储存罐用于储存待萃取的废酸;

混合釜,所述混合釜包括废酸入口、萃取液入口和混合液出口,所述混合釜用于所述废酸和所述萃取液混合形成混合液;

分层柱,所述分层柱包括混合液入口和分层柱废酸出口,所述分层柱用于所述废酸和所述萃取液的萃取分离;以及

废酸接收罐,所述废酸接收罐包括萃取后废酸接收口和萃取后废酸出料口,

所述硝化废酸的连续萃取装置包括n个所述混合釜和n个所述分层柱,所述废酸储存罐、所述混合釜、所述分层柱、所述废酸接收罐依次连接,实现所述废酸的n级萃取过程,所述n为整数,且所述n满足1≤n≤10,

当n>1时,所述混合釜和所述分层柱交替设置在所述废酸储存罐和所述废酸接收罐之间,

当n=1时,所述废酸接收罐的所述萃取后废酸出料口连接于所述混合釜的所述废酸入口和/或所述分层柱的所述混合液入口,所述废酸储存罐连接于所述混合釜的所述废酸入口,使得所述废酸能被循环连续萃取。

2.根据权利要求1所述的硝化废酸的连续萃取装置,其特征在于,

所述混合釜包括一级混合釜和二级混合釜,所述分层柱包括一级分层柱和二级分层柱,

所述废酸储存罐连接于所述一级混合釜的废酸入口,所述废酸和所述萃取液在所述一级混合釜中混合后,经由所述一级混合釜的混合液出口、所述一级分层柱的混合液入口,被输送到所述一级分层柱进行一级萃取分离,

完成所述一级萃取分离的废酸经由所述一级分层柱的分层柱废酸出口来到所述二级混合釜和所述二级分层柱进行二级萃取分离,

完成所述二级萃取分离的废酸进入所述废酸接收罐,经由所述废酸接收罐的萃取后废酸出料口进入所述废酸储存罐。

3.根据权利要求1所述的硝化废酸的连续萃取装置,其特征在于,

n>2,所述混合釜包括一级混合釜、二级混合釜至n级混合釜,所述分层柱包括一级分层柱、二级分层柱至n级分层柱,

所述废酸依次经过所述一级混合釜、所述一级分层柱、所述二级混合釜、所述二级分层柱直至所述n级混合釜、所述n级分层柱,按顺流方向进行多级萃取,

所述萃取液依次经过所述n级混合釜、所述n级分层柱、n-1级混合釜、n-1级分层柱直至所述一级混合釜、所述一级分层柱,按逆流方向提供萃取液。

4.根据权利要求1所述的硝化废酸的连续萃取装置,其特征在于,

所述硝化废酸的连续萃取装置包括萃取液储存罐和萃取液接收罐,所述分层柱包括萃取液出口,

所述萃取液储存罐连接于所述混合釜的萃取液入口,所述萃取液储存罐用于为所述废酸提供萃取液,

至少一个所述分层柱的萃取液出口连接于所述萃取液接收罐,所述萃取液接收罐连接于所述萃取液储存罐,形成所述萃取液的循环。

5.根据权利要求4所述的硝化废酸的连续萃取装置,其特征在于,

n≠1,所述萃取液储存罐连接于n级混合釜的萃取液入口,m级分层柱的萃取液出口连接于m-1级混合釜的萃取液入口,所述m为整数,所述m满足2≤m≤n,

一级分层柱的萃取液出口连接于所述萃取液接收罐。

6.根据权利要求4所述的硝化废酸的连续萃取装置,其特征在于,

所述硝化废酸的连续萃取装置包括废酸输送泵、萃取液输送泵、混合液输送泵,

通过所述废酸输送泵将所述废酸储存罐中的所述废酸输送至一级所述混合釜,

通过所述萃取液输送泵将所述萃取液储存罐中的所述萃取液输送至n级所述混合釜,

通过所述混合液输送泵将m级所述混合釜中的所述混合液输送至m级所述分层柱,所述m为整数,所述m满足1≤m≤n。

7.根据权利要求1所述的硝化废酸的连续萃取装置,其特征在于,

所述硝化废酸的连续萃取装置包括换热器,所述废酸经由n级所述分层柱的分层柱废酸出口、所述换热器连接于所述废酸接收罐。

8.根据权利要求7所述的硝化废酸的连续萃取装置,其特征在于,

所述换热器的冷媒包括所述萃取液或所述废酸。

9.根据权利要求1所述的硝化废酸的连续萃取装置,其特征在于,

所述混合釜内设有推进式搅拌器,所述推进式搅拌器用于所述废酸和所述萃取液的混合。

10.根据权利要求1所述的硝化废酸的连续萃取装置,其特征在于,

所述分层柱的萃取液出口位于所述分层柱的顶部,

所述分层柱的混合液入口连接有伸入所述分层柱的混合液入口管道,所述混合液入口管道伸入所述分层柱的高度方向上的1/3至2/3处。

11.根据权利要求1所述的硝化废酸的连续萃取装置,其特征在于,

n≠1,m-1级所述分层柱通过萃取后废酸管道连接于m级混合釜,所述萃取后废酸管道的最高点不高于所述分层柱的萃取液出口,使得所述废酸能够通过重力进入m级所述混合釜,所述m为整数,所述m满足2≤m≤n。

12.根据权利要求1所述的硝化废酸的连续萃取装置,其特征在于,

所述分层柱包括清洗口和观察镜,所述观察镜用于观察液面位置,所述清洗口用于清理时排出所述分层柱内的液体。

硝化废酸的连续萃取装置

技术领域

[0001] 本申请涉及连续萃取装置，尤其涉及硝化废酸的连续萃取装置。

背景技术

[0002] 硝基氯苯及其衍生物为重要的基础石油化工有机原料，广泛应用于染料、颜料、医药、农药、橡胶助剂、工程塑料等领域。

[0003] 单硝基氯苯的生产主要采用混酸硝化法，以氯苯为原料，在硫酸条件下，与硝酸进行硝化反应生成对硝基氯苯和邻硝基氯苯混合物，经分离得到硝化废酸和硝化物。硝化物水洗、碱洗后再经分离后得到对硝基氯苯和邻硝基氯苯产品；硝化废酸经一级萃取浓缩后再回用硝化反应。

[0004] 二硝基氯苯以对硝基氯苯、氯苯为原料，在硫酸条件下，与硝酸进行硝化反应生成2,4(6)-二硝基氯苯，经分离得到硝化废酸和硝化物。硝化物水洗、碱洗后再经分离后得到2,4(6)-二硝基氯苯产品；硝化废酸经浓缩后再回用硝化反应。硝化后的废酸中，硫酸含量约70-80％，另有极少量的残留硝酸，分离后上层也残留一些有机物。

[0005] 传统工艺采用氯苯进行单锅一级萃取，萃取后仍有10000ppm左右的2,4-二硝基氯苯，1500ppm左右的单硝基氯苯和氯苯在硝化废酸中。硝化废酸的提浓过程容易堵塞管道，存在着一定的安全隐患。萃取过程为间歇操作，萃取效率低且萃取液氯苯用量大，萃取后废酸有机物含量高、硝化收率低。

实用新型内容

[0006] 为改善或解决现有技术中提到的至少一个问题，本申请提供了硝化废酸的连续萃取装置。

[0007] 本申请提供的硝化废酸的连续萃取装置包括：

[0008] 废酸储存罐，所述废酸储存罐用于储存待萃取的废酸；

[0009] 混合釜，所述混合釜包括废酸入口、萃取液入口和混合液出口，所述混合釜用于所述废酸和所述萃取液混合形成混合液；

[0010] 分层柱，所述分层柱包括混合液入口和分层柱废酸出口，所述分层柱用于所述废酸和所述萃取液的萃取分离；以及

[0011] 废酸接收罐，所述废酸接收罐包括萃取后废酸接收口和萃取后废酸出料口，

[0012] 所述硝化废酸的连续萃取装置包括n个所述混合釜和n个所述分层柱，所述废酸储存罐、所述混合釜、所述分层柱、所述废酸接收罐依次连接，实现所述废酸的n级萃取过程，所述n为整数，且所述n满足1≤n≤10，

[0013] 当n＞1时，所述混合釜和所述分层柱交替设置在所述废酸储存罐和所述废酸接收罐之间，

[0014] 当n＝1时，所述废酸接收罐的所述萃取后废酸出料口连接于所述混合釜的所述废酸入口和/或所述分层柱的所述混合液入口，所述废酸储存罐连接于所述混合釜的所述废

酸入口，使得所述废酸能被循环连续萃取。

[0015] 在至少一个实施方式中，所述混合釜包括一级混合釜和二级混合釜，所述分层柱包括一级分层柱和二级分层柱，

[0016] 所述废酸储存罐连接于所述一级混合釜的废酸入口，所述废酸和所述萃取液在所述一级混合釜中混合后，经由所述一级混合釜的混合液出口、所述一级分层柱的混合液入口，被输送到所述一级分层柱进行一级萃取分离，

[0017] 完成所述一级萃取分离的废酸经由所述一级分层柱的分层柱废酸出口来到所述二级混合釜和所述二级分层柱进行二级萃取分离，

[0018] 完成所述二级萃取分离的废酸进入所述废酸接收罐，经由所述废酸接收罐的萃取后废酸出料口进入所述废酸储存罐。

[0019] 在至少一个实施方式中，n>2，所述混合釜包括一级混合釜、二级混合釜至n级混合釜，所述分层柱包括一级分层柱、二级分层柱至n级分层柱，

[0020] 所述废酸依次经过所述一级混合釜、所述一级分层柱、所述二级混合釜、所述二级分层柱直至所述n级混合釜、所述n级分层柱，按顺流方向进行多级萃取，

[0021] 所述萃取液依次经过所述n级混合釜、所述n级分层柱、n-1级混合釜、n-1级分层柱直至所述一级混合釜、所述一级分层柱，按逆流方向提供萃取液。

[0022] 在至少一个实施方式中，所述硝化废酸的连续萃取装置包括萃取液储存罐和萃取液接收罐，所述分层柱包括萃取液出口，

[0023] 所述萃取液储存罐连接于所述混合釜的萃取液入口，所述萃取液储存罐用于为所述废酸提供萃取液，

[0024] 至少一个所述分层柱的萃取液出口连接于所述萃取液接收罐，所述萃取液接收罐连接于所述萃取液储存罐，形成所述萃取液的循环。

[0025] 在至少一个实施方式中，n≠1，所述萃取液储存罐连接于n级混合釜的萃取液入口，m级分层柱的萃取液出口连接于m-1级混合釜的萃取液入口，所述m为整数，所述m满足2≤m≤n，

[0026] 所述一级分层柱的萃取液出口连接于所述萃取液接收罐。

[0027] 在至少一个实施方式中，所述硝化废酸的连续萃取装置包括废酸输送泵、萃取液输送泵、混合液输送泵，

[0028] 通过所述废酸输送泵将所述废酸储存罐中的所述废酸输送至一级所述混合釜，

[0029] 通过所述萃取液输送泵将所述萃取液储存罐中的所述萃取液输送至n级所述混合釜，

[0030] 通过所述混合液输送泵将m级所述混合釜中的所述混合液输送至m级所述分层柱，所述m为整数，所述m满足1≤m≤n。

[0031] 在至少一个实施方式中，所述硝化废酸的连续萃取装置包括换热器，所述废酸经由n级所述分层柱的分层柱废酸出口、所述换热器连接于所述废酸接收罐。

[0032] 在至少一个实施方式中，所述换热器的冷媒包括所述萃取液或所述废酸。

[0033] 在至少一个实施方式中，所述混合釜内设有推进式搅拌器，所述推进式搅拌器用于所述废酸和所述萃取液的混合。

[0034] 在至少一个实施方式中，所述分层柱的萃取液出口位于所述分层柱的顶部，

[0035] 所述分层柱的混合液入口连接有伸入所述分层柱的混合液入口管道，所述混合液入口管道伸入所述分层柱的高度方向上的1/3至2/3处。

[0036] 在至少一个实施方式中，n≠1，m-1级所述分层柱通过萃取后废酸管道连接于m级混合釜，所述萃取后废酸管道的最高点不高于所述分层柱的萃取液出口，使得所述废酸能够通过重力进入m级所述混合釜，所述m为整数，所述m满足2≤m≤n。

[0037] 在至少一个实施方式中，所述萃取液为氯苯，所述废酸包括2,4-二硝基氯苯和单硝基氯苯，

[0038] 萃取开始前，所述混合釜和所述分层柱中预先添加的废酸和萃取液的初始质量比为3-12:1。

[0039] 在至少一个实施方式中，所述分层柱包括清洗口和观察镜，所述观察镜用于观察液面位置，所述清洗口用于清理时排出所述分层柱内的液体。

[0040] 经本申请的连续萃取装置处理后的废酸，残留2,4-二硝基氯苯、单硝化氯苯、氯苯总和可控制在2000ppm以下，既回收了有用物质，又大大减少了有机残留。提高了生产效率、提高硝化的产品收率，提高安全性，且实现了硝基氯苯及其衍生物的氯苯连续萃取的稳定运行。

附图说明

[0041] 图1示出了根据本申请实施方式的硝化废酸的连续萃取装置的结构示意图。

[0042] 附图标记说明

[0043] 1混合釜；11一级混合釜；12二级混合釜；13三级混合釜；111废酸入口；112萃取液入口；113混合液出口；114推进式搅拌器；

[0044] 2分层柱；21一级分层柱；22二级分层柱；23三级分层柱；211混合液入口；212萃取液出口；213分层柱废酸出口；214废气出口；

[0045] 3废酸储存罐；4换热器；5废酸接收罐；51萃取后废酸接收口；52萃取后废酸出料口；6萃取液储存罐；7萃取液接收罐；81废酸输送泵；82萃取液输送泵；83混合液输送泵；91观察镜；92清洗口。

具体实施方式

[0046] 下面参照附图描述本申请的示例性实施方式。应当理解，这些具体的说明仅用于示教本领域技术人员如何实施本申请，而不用于穷举本申请的所有可行的方式，也不用于限制本申请的范围。

[0047] 本申请提供了一种硝化废酸的连续萃取装置。本申请利用萃取液(例如氯苯)，对含有硝基氯苯及其衍生物的废酸进行连续萃取，降低废酸中的硝基氯苯及其衍生物(特别是2,4-二硝基氯苯、单硝化氯苯和氯苯)的含量。

[0048] 如图1所示，该连续萃取装置包括混合釜1、分层柱2、废酸储存罐3、换热器4、废酸接收罐5、萃取液储存罐6、萃取液接收罐7、废酸输送泵、萃取液输送泵、混合液输送泵。

[0049] 混合釜1可以包括废酸入口111、萃取液入口112、混合液出口113和废气出口(未示出)。混合釜1用于废酸和萃取液混合形成混合液。分层柱2包括混合液入口211、萃取液出口212、分层柱废酸出口213和废气出口214。分层柱2用于废酸和萃取液的萃取分离，通过分层

柱2将废酸中的硝基氯苯及其衍生物等有机物萃取进萃取液，分离出处于分离柱2上层的萃取液和下层的经过萃取的废酸。

[0050] 本申请提供的混合釜1和分层柱2可以有多个。例如，硝化废酸的连续萃取装置包括n个混合釜1和n个分层柱2，混合釜1和分层柱2交替串联连接，实现废酸的n级的萃取过程。其中，n为整数，且n满足1≤n≤10，优选地2≤n≤6。图1示出了n＝3时的实施方式。

[0051] 在本申请的另一个实施方式中，n＝2时，混合釜包括一级混合釜11和二级混合釜12，分层柱包括一级分层柱21和二级分层柱22。

[0052] 废酸储存罐3连接于一级混合釜11的废酸入口111。废酸和萃取液在一级混合釜11中混合后，经由一级混合釜11的混合液出口113、一级分层柱21的混合液入口211，被输送到一级分层柱21，进行一级萃取分离。

[0053] 完成一级萃取分离的废酸经由一级分层柱21的分层柱废酸出口213依次来到二级混合釜12和二级分层柱22进行二级萃取分离。

[0054] 可以理解，本申请提供的硝化废酸的连续萃取装置具有很好的拓展性，可以根据废酸中有机物含量、生产效率，增减混合釜1和分层柱2的数量，从而在确保质量的前提下，节约成本，实现不同等级的萃取。

[0055] 废酸储存罐3内具有待萃取的废酸，废酸接收罐5具有萃取后废酸接收口51和萃取后废酸出料口52。废酸接收罐5连接于废酸储存罐3(图中未示出)。完成萃取的废酸经由废酸接收罐5的萃取后废酸出料口52进入废酸储存罐3，使得废酸能被循环连续萃取。n＝1，即只有1个混合釜和1个分层柱也能实现废酸的连续萃取。在运行一段时间后，废酸接收罐5中的废酸达到一定标准后，例如残留的2,4-二硝基氯苯、单硝化氯苯、氯苯总和小于2000ppm，可以终止整套设备的运行，提取废酸储存罐3和废酸接收罐5中的废酸，在废酸储存罐3中添加新的待萃取废酸。

[0056] 萃取液储存罐6可以连接于至少一个混合釜1，特别是最后一级混合釜的萃取液入口112，为废酸提供萃取液。至少一个分层柱2(特别是一级分层柱21)的萃取液出口212可以连接于萃取液接收罐7，萃取液接收罐7可以连接于萃取液储存罐6(图中未示出)，形成萃取液的循环。在运行一段时间后，可以终止整套设备的运行，更换萃取液储存罐6和萃取液接收罐7中的萃取液，在萃取液储存罐6添加新的萃取液，提高设备整体的萃取效率。

[0057] 在一个实施方式中，萃取液储存罐6连接于最后一级混合釜1的萃取液入口。为方便描述，引入m级分层柱2和m级混合釜1(m可以为整数，并满足2≤m，即m级为二级至最后一级(n级)中的任意一级)。m级分层柱的萃取液出口连接于m-1级混合釜的萃取液入口。一级分层柱21的萃取液出口212连接于萃取液接收罐7。使得萃取液能够在连续萃取装置中循环。

[0058] 废酸储存罐3通过废酸输送泵81将废酸输送至一级混合釜11，萃取液储存罐6通过萃取液输送泵82将萃取液输送至最后一级混合釜1，m级混合釜1通过混合液输送泵83将混合液输送至m级分层柱2。

[0059] 本申请中的换热器4设置于最后一级分层柱的分层柱废酸出口213、废酸接收罐5的萃取后废酸接收口51之间。换热器4中的冷媒可以使用前文提到的萃取液或废酸，利用萃取液或废酸进行热交换(例如用废酸接受罐5中已经冷却的废酸作为冷媒)可以起到节约能源的目的。混合釜1内设有搅拌装置，优选为推进式搅拌器114，用于废酸和萃取液的混合。

[0060] 分层柱2的混合液入口211连接有伸入分层柱2的混合液入口管道(未示出),混合釜1形成的混合液能够通过混合液入口管道进入分层柱2的沿高度方向的例如1/3至2/3处。优选地,伸入分层柱高度的上1/3至1/2处。分层柱2的萃取液出口212位于分层柱2的顶部,位于上层的萃取液通过m级分层柱2的萃取液出口212与m-1级混合釜相连,或者与萃取液接收罐7相连。

[0061] 分层柱2的萃取液出口212的位置高于混合液入口管道的出口,即分层柱2的萃取液出口212距混合液入口管道的出口有一定距离,可以减少混合液未经萃取分离,直接从萃取液出口212流出的情况发生。

[0062] 分层柱废酸出口213可以设置在分层柱2的底部,m-1级分层柱通过分层柱废酸出口213连接于m级混合釜1。分层柱废酸出口213连接于m级混合釜1的管道的最高点不高于分层柱2的萃取液出口212,使得萃取分层后位于下层的废酸能够通过重力进入m级混合釜。

[0063] 本申请还可以设置自动安全联锁,配套现有仪表,监控设备的运行状况。本申请的分层柱2可以设置观察镜91和清洗口92,用以观察液位和实现清理时排出分层柱2内的液体。

[0064] 实施例

[0065] 以图1中的三级连续萃取装置为例,先将硝化废酸和萃取液按一定比例在各级混合釜和分层柱加至一定液位。其中,硝化废酸和萃取液的质量比可以为3-12:1,优选为6-9:1。分层柱2的液位加至萃取液出口212,混合釜1的液位加至混合釜1高度的距底部2/3处。

[0066] 将萃取前的废酸连续泵入一级混合釜11,二级分层柱21上层的萃取液进入一级混合釜11,在一级混合釜11内进行搅拌混合。将一级混合釜11的混合液连续泵入一级分层柱21。分层后,一级分层柱21上层的萃取液(萃取后氯苯)进入萃取液接收罐7,一级分层柱21下层的废酸通过重力进入二级混合釜12。

[0067] 三级分层柱23上层的萃取液进入二级混合釜12,并与完成一级萃取分离的废酸搅拌混合后,连续泵入二级分层柱22。分层后,二级分层柱22上层的萃取液进入一级混合釜11,二级分层柱22下层的废酸通过重力进入三级混合釜13。

[0068] 萃取液储存罐6中的萃取液连续泵入三级混合釜13,并与完成二级萃取分离的废酸搅拌混合后,连续泵入三级分层柱23。分层后,三级分层柱23上层的萃取液经萃取液出口进入二级混合釜12,三级分层柱23下层的废酸通过重力经过换热器4进入废酸接收罐5。

[0069] 在n级连续萃取的实施例中,废酸依次经过一级混合釜11、一级分层柱21、二级混合釜12、二级分层柱22直至n级混合釜、n级分层柱,按顺流方向进行多级萃取。萃取液依次经过n级混合釜、n级分层柱、n-1级混合釜、n-1级分层柱直至一级混合釜11、一级分层柱21,按逆流方向提供萃取液。

[0070] 结合上述一个或多个实施方式,本申请具有以下优点。

[0071] 1.采用自动化多级连续萃取流程,配套仪表自动监控体系运行状况,设置自动安全联锁,节省人工的同时提升安全性。

[0072] 2.采用多级连续萃取处理后的硝化废酸中的硝基氯苯含量大大降低,萃取后的废酸中残留二硝基氯苯、硝化氯苯、氯苯总和可控制在2000ppm以下,既回收了有用物质,又大大减少了有机残留,便于后序的提浓及废酸的综合利用。

[0073] 3.采用推进式搅拌,废酸与萃取液高效混合,进一步提高萃取效果。

[0074] 4.采用连续萃取,处理效率更高,同时降低了安全风险。

[0075] 以上所述是本申请的优选实施方式,应当指出,对于本领域技术人员来说,在不脱离本申请原理的前提下,还可以做出若干改进和润饰,这些改进和润饰也应视为本申请的保护范围。

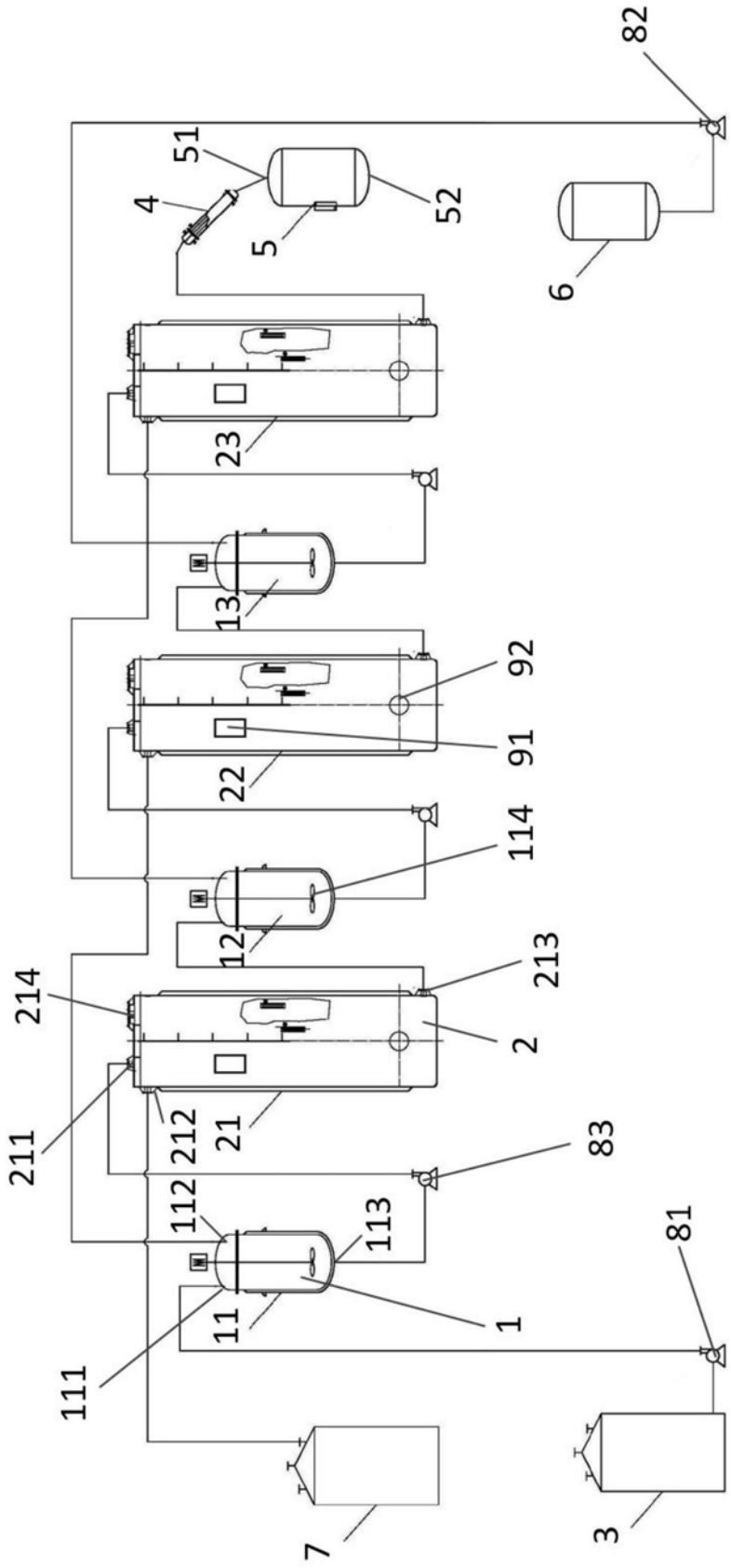

82
51
4
52
5
6
23
13
92
91
22
114
12
213
214
2
211
212
21
83
112
113
81
11
1
111
7
3

图1