



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 105777540 A

(43)申请公布日 2016.07.20

(21)申请号 201610211393.X

(22)申请日 2016.04.06

(71)申请人 衢州信步化工科技有限公司

地址 324000 浙江省衢州市凯旋南路6号2
幢C座309室

(72)发明人 严招春

(74)专利代理机构 杭州华鼎知识产权代理事务
所(普通合伙) 33217

代理人 施少锋

(51) Int. Cl.

C07C 67/46(2006.01)

C07C 69/145(2006.01)

C07C 45/89(2006.01)

C07C 49/90(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

一种节能高效的乙酸异丙烯酯合成方法

(57)摘要

本发明公开了一种节能高效的乙酸异丙烯酯合成方法,其步骤如下:(1)将乙酸投入到容器中,再对乙酸进行升温处理,使得乙酸催化裂解生成乙烯酮气体,将乙烯酮气体通入到冷却器中;(2)将丙酮溶液投入到混合皿中,同时往混合皿中投入催化剂,混合搅拌均匀后,用计量泵将混合液打入到冷却器中;(3)将冷却器内的混合气体输送到合成反应塔中,使得混合气体在合成反应塔中反应生成反应气体;(4)将生成的反应气体经过冷凝后得到粗品,再将粗品精制、冷却、结晶、烘干得到产品。本发明提供了一种节能高效的乙酸异丙烯酯合成方法,让乙烯酮气体与丙酮蒸汽直接进行均相反应,有效提高了反应效率,也大大节省了丙酮的周转量,提高了综合利用率。

1. 一种节能高效的乙酸异丙烯酯合成方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1)将乙酸投入到容器中,再对乙酸进行升温加热处理,升温至 $500\sim 800^{\circ}\text{C}$,使得乙酸在容器中发生催化裂解而生成乙烯酮气体,将生成的乙烯酮气体通入到冷却器中,再往冷却器中加入 $10\sim 35^{\circ}\text{C}$ 的水对乙烯酮气体进行初步冷却处理;

(2)将丙酮溶液投入到混合皿中,同时往混合皿中投入催化剂,催化剂与丙酮溶液的摩尔比为: $(0.8\sim 1.5):1$,混合搅拌均匀后,用计量泵将混合液打入到冷却器中,使得该混合液对裂解反应得到的乙烯酮气体做进一步的冷却处理,同时混合液被蒸发成气体;

(3)对冷却器进行调温处理,使得冷却器内的混合气体温度保持在 $60\sim 80^{\circ}\text{C}$,再将其输送到合成反应塔中,合成反应塔内填充有填料,混合气体在合成反应塔内的填料表面接触混合,同时对合成反应釜进行升温处理,使得混合气体在填料表面反应生成反应气体,控制反应温度为 $10\sim 30^{\circ}\text{C}$;

(4)将步骤(3)生成的反应气体输送到冷凝器中,反应气体经过冷凝后得到粗品,未冷凝的反应气体用步骤(2)中的丙酮溶液喷淋吸收,丙酮溶液的喷淋速度为 $55\text{ml}/\text{min}$,再将丙酮吸收液集中回收,并循环运用到步骤(2)中;

(5)将步骤(4)得到的粗品经过精制,得到乙酸异丙烯酯,再将乙酸异丙烯酯冷却结晶,最后烘干得到产品。

2. 根据权利要求1所述的一种节能高效的乙酸异丙烯酯合成方法,其特征在于:在所述步骤(1)中,所述乙烯酮与所述水的摩尔比为: $(2.5\sim 3.5):1$,所述水的滴加速度为 $40\text{ml}/\text{min}$ 。

3. 根据权利要求1所述的一种节能高效的乙酸异丙烯酯合成方法,其特征在于:在所述步骤(1)中,所述催化裂解的反应温度为 $700\sim 800^{\circ}\text{C}$,反应压力为 $200\sim 600\text{mmHg}$ 。

4. 根据权利要求1所述的一种节能高效的乙酸异丙烯酯合成方法,其特征在于:在所述步骤(1)中,所述容器为不锈钢管。

5. 根据权利要求1所述的一种节能高效的乙酸异丙烯酯合成方法,其特征在于:在所述步骤(1)和所述步骤(2)中,所述丙酮溶液与所述乙烯酮的摩尔比为: $2:(0.95\sim 1.5)$ 。

6. 根据权利要求1所述的一种节能高效的乙酸异丙烯酯合成方法,其特征在于:在所述步骤(4)中,所述冷凝器为循环水冷凝器。

7. 根据权利要求1所述的一种节能高效的乙酸异丙烯酯合成方法,其特征在于:在所述步骤(4)中,所述混合气体包括乙烯酮气体、丙酮气体和催化剂气体。

一种节能高效的乙酸异丙烯酯合成方法

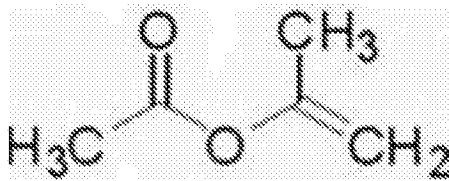
技术领域

[0001] 本发明涉及一种节能高效的乙酸异丙烯酯合成方法。

背景技术

[0002] 乙酸异丙烯酯,无色、透明液体,闪点:18℃,熔点:-92.9℃,沸点:92~94℃,密度:0.913g/cm³,可混溶于醇、醚、酮等,性质稳定。工业上主要用于合成乙酰丙酮,也用作分析试剂;医药中主要用作肤轻松系列产品的精制溶

[0003]



[0004] 剂。结构式如下:

[0005] 乙酸异丙烯酯常用的合成方法是:乙酸在700~800℃高温下催化裂解生成乙烯酮,经冷却净化后的乙烯酮气体通入到反应釜内加热至回流状态的丙酮溶液中,乙烯酮溶解在丙酮中并在催化剂作用下与丙酮酯化生成乙酸异丙烯酯。未溶解的乙烯酮与被蒸发的丙酮蒸汽一起进入第一级循环水冷凝器,大部分丙酮蒸汽被冷凝成液体丙酮,经气液分离器回流到酯化釜;余气进入第二级冰盐水冷凝器进一步冷凝,冷凝液回流到酯化釜;剩下的尾气进入丙酮吸收塔,从塔顶喷淋冷的丙酮液,继续吸收尾气中的乙烯酮,吸收液定期返回到酯化釜;最后的尾气再进入水吸收塔,用水吸收未被冷凝的丙酮和未被吸收的乙烯酮,进行回收利用。反应得到的乙酸异丙烯酯丙酮溶液,经浓缩精制,得乙酸异丙烯酯产品。该工艺中,乙烯酮是气体,丙酮是液体,气液反应不是均相反应,接触面小反应效率低;使用大量丙酮作反应液和吸收液,最终又要浓缩掉丙酮提取产品,能耗高生产效率低。

发明内容

[0006] 本发明目的在于针对现有技术所存在的不足而提供一种节能高效的乙酸异丙烯酯合成方法的技术方案,用内部设有填料的合成反应塔来代替反应釜,用丙酮蒸汽代替丙酮液体,让乙烯酮气体与丙酮蒸汽直接接触进行均相反应,大大提高反应效率,也大大节省丙酮的周转量,有效节约了能耗和成本,提高了综合利用率。

[0007] 为了解决上述技术问题,本发明采用的技术方案为一种节能高效的乙酸异丙烯酯合成方法,其特征在于包括以下步骤:

[0008] (1)将乙酸投入到容器中,再对乙酸进行升温加热处理,升温至500~800℃,使得乙酸在容器中发生催化裂解而生成乙烯酮气体,将生成的乙烯酮气体通入到冷却器中,再往冷却器中加入10~35℃的水对乙烯酮气体进行初步冷却处理。

[0009] (2)将丙酮溶液投入到混合皿中,同时往混合皿中投入催化剂,催化剂与丙酮溶液的摩尔比为:(0.8~1.5):1,混合搅拌均匀后,用计量泵将混合液打入到冷却器中,使得该混合液对裂解反应得到的乙烯酮气体做进一步的冷却处理,同时混合液被蒸发成气体。

[0010] (3)对冷却器进行调温处理,使得冷却器内的混合气体温度保持在60~80℃,再将其输送到合成反应塔中,合成反应塔内填充有填料,混合气体在合成反应塔内的填料表面接触混合,同时对合成反应釜进行升温处理,使得混合气体在填料表面反应生成反应气体,控制反应温度为10~30℃。

[0011] (4)将步骤(3)生成的反应气体输送到冷凝器中,反应气体经过冷凝后得到粗品,未冷凝的反应气体用步骤(2)中的丙酮溶液喷淋吸收,丙酮溶液的喷淋速度为55ml/min,再将丙酮吸收液集中回收,并循环运用到步骤(2)中。

[0012] (5)将步骤(4)得到的粗品经过精制,得到乙酸异丙烯酯,再将乙酸异丙烯酯冷却结晶,最后烘干得到产品。

[0013] 进一步,在步骤(1)中,乙烯酮与水的摩尔比为:(2.5~3.5):1,水的滴加速度为40ml/min。

[0014] 进一步,在步骤(1)中,催化裂解的反应温度为700~800℃,反应压力为200~600mmH。

[0015] 进一步,在步骤(1)中,容器为不锈钢管。

[0016] 进一步,在步骤(1)和步骤(2)中,丙酮溶液与乙烯酮的摩尔比为:2:(0.95~1.5)。

[0017] 进一步,在步骤(4)中,冷凝器为循环水冷凝器。

[0018] 进一步,在步骤(4)中,混合气体包括乙烯酮气体、丙酮气体和催化剂气体。

[0019] 本发明与现有技术相比较,具有以下有益效果:

[0020] 1、用合成反应塔代替反应釜,更有利于反应的发生,提高了生产效率。

[0021] 2、用丙酮气体来代替丙酮液体,使得乙烯酮气体与丙酮气体直接接触而发生均相反应,有效提高了反应效率,而且相对于原本丙酮液体的设计,可以大大节省丙酮的使用量,节约了能耗。

[0022] 3、通过合理的控制丙酮溶液和催化剂的用量,使得反应更加的充分,降低了资源的浪费。

[0023] 4、通过控制裂解反应的反应温度和反应压力,可以减小乙酸裂解过程中副反应的发生,更有利于提高反应物的纯度。

[0024] 本发明提供了一种节能高效的乙酸异丙烯酯合成方法,用合成反应塔代替反应釜,用丙酮蒸汽代替丙酮液体,让乙烯酮气体与丙酮蒸汽直接接触进行均相反应,经过上述过程处理,有效提高了反应效率,也大大节省了丙酮的周转量,有效节约了能耗和成本,提高了综合利用率。

具体实施方式

[0025] 本发明为一种节能高效的乙酸异丙烯酯合成方法,包括以下步骤:

[0026] (1)将乙酸投入到容器中,容器为不锈钢管,再对乙酸进行升温加热处理,升温至500~800℃,使得乙酸在容器中发生催化裂解而生成乙烯酮气体,催化裂解的反应温度为700~800℃,反应压力为200~600mmH,将生成的乙烯酮气体通入到冷却器中,再往冷却器中加入10~35℃的水对乙烯酮气体进行初步冷却处理,乙烯酮与水的摩尔比为:(2.5~3.5):1,水的滴加速度为40ml/min。

[0027] (2)将丙酮溶液投入到混合皿中,丙酮溶液与乙烯酮的摩尔比为:2:(0.95~1.5),

同时往混合皿中投入催化剂,催化剂与丙酮溶液的摩尔比为:(0.8~1.5):1,混合搅拌均匀后,用计量泵将混合液打入到冷却器中,使得该混合液对裂解反应得到的乙烯酮气体做进一步的冷却处理,同时混合液被蒸发成气体。

[0028] (3)对冷却器进行调温处理,使得冷却器内的混合气体温度保持在60~80℃,混合气体包括乙烯酮气体、丙酮气体和催化剂气体,再将其输送到合成反应塔中,合成反应塔内填充有填料,混合气体在合成反应塔内的填料表面接触混合,同时对合成反应釜进行升温处理,使得混合气体在填料表面反应生成反应气体,控制反应温度为10~30℃。

[0029] (4)将步骤(3)生成的反应气体输送到冷凝器中,冷凝器为循环水冷凝器,反应气体经过冷凝后得到粗品,未冷凝的反应气体用步骤(2)中的丙酮溶液喷淋吸收,丙酮溶液的喷淋速度为55ml/min,再将丙酮吸收液集中回收,并循环运用到步骤(2)中。

[0030] (5)将步骤(4)得到的粗品经过精制,得到乙酸异丙烯酯,再将乙酸异丙烯酯冷却结晶,最后烘干得到产品。

[0031] 以下通过实施例对本发明进行更具体的说明,但本发明并不限于的实施例。

[0032] 实施例1

[0033] 将乙酸投入到不锈钢管中,再对乙酸进行升温加热处理,升温至700℃,使得乙酸在不锈钢管中发生催化裂解而生成乙烯酮气体,将生成的乙烯酮气体通入到冷却器中,再往冷却器中加入15℃的水对乙烯酮气体进行初步冷却处理,乙烯酮与水的摩尔比为:2.7:1,水的滴加速度为40ml/min。

[0034] 将丙酮溶液投入到混合皿中,丙酮溶液与乙烯酮的摩尔比为:2:1,同时往混合皿中投入催化剂,催化剂与丙酮溶液的摩尔比为:0.8:1,混合搅拌30min后,用计量泵将混合液打入到冷却器中,使得该混合液对裂解反应得到的乙烯酮气体做进一步的冷却处理,同时混合液被蒸发成气体。

[0035] 对冷却器进行调温处理,使得冷却器内的混合气体温度保持在68℃,再将其输送到合成反应塔中,合成反应塔内填充有填料,混合气体在合成反应塔内的填料表面接触混合,同时将合成反应釜内的温度升温至21℃,使得混合气体在填料表面反应生成反应气体,反应1.5h。

[0036] 将生成的反应气体输送到循环水冷凝器中,反应气体经过1.8h的冷凝后得到粗品,得到的粗品经过精制,得到乙酸异丙烯酯,再将乙酸异丙烯酯冷却结晶,最后烘干得到产品,未冷凝的反应气体用丙酮溶液喷淋吸收,丙酮溶液的喷淋速度为55ml/min,再将丙酮吸收液集中回收,并循环运用。

[0037] 本实施例运行后,得到乙酸异丙烯酯产品的纯度为98%。

[0038] 实施例2

[0039] 将乙酸投入到不锈钢管中,再对乙酸进行升温加热处理,升温至730℃,使得乙酸在不锈钢管中发生催化裂解而生成乙烯酮气体,将生成的乙烯酮气体通入到冷却器中,再往冷却器中加入20℃的水对乙烯酮气体进行初步冷却处理,乙烯酮与水的摩尔比为:3.1:1,水的滴加速度为40ml/min。

[0040] 将丙酮溶液投入到混合皿中,丙酮溶液与乙烯酮的摩尔比为:2:1.1,同时往混合皿中投入催化剂,催化剂与丙酮溶液的摩尔比为:0.95:1,混合搅拌45min后,用计量泵将混合液打入到冷却器中,使得该混合液对裂解反应得到的乙烯酮气体做进一步的冷却处理,

同时混合液被蒸发成气体。

[0041] 对冷却器进行调温处理,使得冷却器内的混合气体温度保持在63℃,再将其输送到合成反应塔中,合成反应塔内填充有填料,混合气体在合成反应塔内的填料表面接触混合,同时将合成反应釜内的温度升温至15℃,使得混合气体在填料表面反应生成反应气体,反应2h。

[0042] 将生成的反应气体输送到循环水冷凝器中,反应气体经过1.5h的冷凝后得到粗品,得到的粗品经过精制,得到乙酸异丙烯酯,再将乙酸异丙烯酯冷却结晶,最后烘干得到产品,未冷凝的反应气体用丙酮溶液喷淋吸收,丙酮溶液的喷淋速度为55ml/min,再将丙酮吸收液集中回收,并循环运用。

[0043] 本实施例运行后,得到乙酸异丙烯酯产品的纯度为98.8%。

[0044] 实施例3

[0045] 将乙酸投入到不锈钢管中,再对乙酸进行升温加热处理,升温至770℃,使得乙酸在不锈钢管中发生催化裂解而生成乙烯酮气体,将生成的乙烯酮气体通入到冷却器中,再往冷却器中加入23℃的水对乙烯酮气体进行初步冷却处理,乙烯酮与水的摩尔比为:2.6:1,水的滴加速度为40ml/min。

[0046] 将丙酮溶液投入到混合皿中,丙酮溶液与乙烯酮的摩尔比为:2:1.3,同时往混合皿中投入催化剂,催化剂与丙酮溶液的摩尔比为:1:1,混合搅拌50min后,用计量泵将混合液打入到冷却器中,使得该混合液对裂解反应得到的乙烯酮气体做进一步的冷却处理,同时混合液被蒸发成气体。

[0047] 对冷却器进行调温处理,使得冷却器内的混合气体温度保持在70℃,再将其输送到合成反应塔中,合成反应塔内填充有填料,混合气体在合成反应塔内的填料表面接触混合,同时将合成反应釜内的温度升温至20℃,使得混合气体在填料表面反应生成反应气体,反应1.8h。

[0048] 将生成的反应气体输送到循环水冷凝器中,反应气体经过2h的冷凝后得到粗品,得到的粗品经过精制,得到乙酸异丙烯酯,再将乙酸异丙烯酯冷却结晶,最后烘干得到产品,未冷凝的反应气体用丙酮溶液喷淋吸收,丙酮溶液的喷淋速度为55ml/min,再将丙酮吸收液集中回收,并循环运用。

[0049] 本实施例运行后,得到乙酸异丙烯酯产品的纯度为98.3%。

[0050] 实施例4

[0051] 将乙酸投入到不锈钢管中,再对乙酸进行升温加热处理,升温至800℃,使得乙酸在不锈钢管中发生催化裂解而生成乙烯酮气体,将生成的乙烯酮气体通入到冷却器中,再往冷却器中加入30℃的水对乙烯酮气体进行初步冷却处理,乙烯酮与水的摩尔比为:3.3:1,水的滴加速度为40ml/min。

[0052] 将丙酮溶液投入到混合皿中,丙酮溶液与乙烯酮的摩尔比为:2:1.5,同时往混合皿中投入催化剂,催化剂与丙酮溶液的摩尔比为:1.5:1,混合搅拌60min后,用计量泵将混合液打入到冷却器中,使得该混合液对裂解反应得到的乙烯酮气体做进一步的冷却处理,同时混合液被蒸发成气体。

[0053] 对冷却器进行调温处理,使得冷却器内的混合气体温度保持在80℃,再将其输送到合成反应塔中,合成反应塔内填充有填料,混合气体在合成反应塔内的填料表面接触混

合,同时将合成反应釜内的温度升温至28℃,使得混合气体在填料表面反应生成反应气体,反应1.5h。

[0054] 将生成的反应气体输送到循环水冷凝器中,反应气体经过2h的冷凝后得到粗品,得到的粗品经过精制,得到乙酸异丙烯酯,再将乙酸异丙烯酯冷却结晶,最后烘干得到产品,未冷凝的反应气体用丙酮溶液喷淋吸收,丙酮溶液的喷淋速度为55ml/min,再将丙酮吸收液集中回收,并循环运用。

[0055] 本实施例运行后,得到乙酸异丙烯酯产品的纯度为99.5%。

[0056] 实施例5

[0057] 将乙酸投入到不锈钢管中,再对乙酸进行升温加热处理,升温至720℃,使得乙酸在不锈钢管中发生催化裂解而生成乙烯酮气体,将生成的乙烯酮气体通入到冷却器中,再往冷却器中加入30℃的水对乙烯酮气体进行初步冷却处理,乙烯酮与水的摩尔比为:3.1:1,水的滴加速度为40ml/min。

[0058] 将丙酮溶液投入到混合皿中,丙酮溶液与乙烯酮的摩尔比为:2:1.5,同时往混合皿中投入催化剂,催化剂与丙酮溶液的摩尔比为:1.5:1,混合搅拌50min后,用计量泵将混合液打入到冷却器中,使得该混合液对裂解反应得到的乙烯酮气体做进一步的冷却处理,同时混合液被蒸发成气体。

[0059] 对冷却器进行调温处理,使得冷却器内的混合气体温度保持在75℃,再将其输送到合成反应塔中,合成反应塔内填充有填料,混合气体在合成反应塔内的填料表面接触混合,同时将合成反应釜内的温度升温至28℃,使得混合气体在填料表面反应生成反应气体,反应1.5h。

[0060] 将生成的反应气体输送到循环水冷凝器中,反应气体经过1.5h的冷凝后得到粗品,得到的粗品经过精制,得到乙酸异丙烯酯,再将乙酸异丙烯酯冷却结晶,最后烘干得到产品,未冷凝的反应气体用丙酮溶液喷淋吸收,丙酮溶液的喷淋速度为55ml/min,再将丙酮吸收液集中回收,并循环运用。

[0061] 本实施例运行后,得到乙酸异丙烯酯产品的纯度为99.1%。

[0062] 以上仅为本发明的具体实施例,但本发明的技术特征并不局限于此。任何以本发明为基础,为实现基本相同的技术效果,所作出地简单变化、等同替换或者修饰等,皆涵盖于本发明的保护范围之内。