



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109851590 A

(43)申请公布日 2019.06.07

(21)申请号 201810153554.3

(22)申请日 2018.02.22

(66)本国优先权数据

201711239537.3 2017.11.30 CN

(71)申请人 中国石油化工股份有限公司

地址 100728 北京市朝阳区朝阳门北大街  
22号

申请人 中国石油化工股份有限公司上海石  
油化工研究院

(72)发明人 胡帅 胡松 李晗 杨卫胜

(51)Int.Cl.

C07D 303/04(2006.01)

C07D 301/32(2006.01)

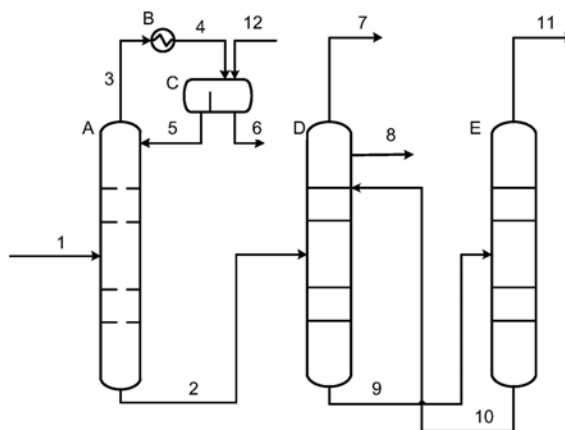
权利要求书2页 说明书9页 附图1页

(54)发明名称

环氧丙烷的纯化方法

(57)摘要

本发明涉及一种环氧丙烷的纯化方法,包括:a)在共沸剂存在下,含环氧丙烷、以及含有水、烃和含氧有机化合物的杂质的原料物流进入第一精馏塔,塔顶得到第一物流,塔釜得到粗环氧丙烷物流;所述共沸剂选自C4烷烃的至少一种;b)所述粗环氧丙烷物流和第一萃取剂物流进入第二精馏塔,塔顶得到第一杂质物流,塔上部侧线得到环氧丙烷产品物流,塔釜得到粗萃取剂物流;c)所述粗萃取剂物流进入第三精馏塔,塔顶得到第二杂质物流,塔釜得到第二萃取剂物流。所述方法可用于环氧丙烷的工业生产中。



1. 一种环氧丙烷的纯化方法,包括:
  - a) 在共沸剂存在下,含环氧丙烷、以及含有水、烃和含氧有机化合物的杂质的原料物流进入第一精馏塔,塔顶得到第一物流,塔釜得到粗环氧丙烷物流;所述共沸剂选自C<sub>4</sub>烷烃;
  - b) 所述粗环氧丙烷物流和第一萃取剂物流进入第二精馏塔,塔顶得到第一杂质物流,塔上部侧线得到环氧丙烷产品物流,塔釜得到粗萃取剂物流;
  - c) 所述粗萃取剂物流进入第三精馏塔,塔顶得到第二杂质物流,塔釜得到第二萃取剂物流。
2. 根据权利要求1所述环氧丙烷的纯化方法,其特征在于,以重量百分比计,所述共沸剂与原料物流中环氧丙烷的比例为(2~15):1,优选(3~10):1,更优选(4~8):1。
3. 根据权利要求1所述环氧丙烷的纯化方法,其特征在于,所述原料源自有机氢过氧化物与丙烯环氧化反应的产物。
4. 根据权利要求1所述环氧丙烷的纯化方法,其特征在于,以重量百分比计,所述原料物流中杂质含量为0.001~5.0%,优选0.001~2.5%,更优选0.001~2.0%。
5. 根据权利要求1所述环氧丙烷的纯化方法,其特征在于,所述含氧有机化合物包括选自由甲醇、甲醛、乙醛、丙醛、丙酮和甲酸甲酯组成的组中的至少一种,所述烃选自C<sub>5</sub>~C<sub>6</sub>烃。
6. 根据权利要求1所述环氧丙烷的纯化方法,其特征在于,所述第一精馏塔在足以使共沸剂和至少一种杂质形成共沸物的条件下操作。
7. 根据权利要求7所述环氧丙烷的纯化方法,其特征在于,所述条件包括:塔顶压力0.25~1.20MPaG,优选0.35~1.00MPaG;塔顶温度15~100℃,优选42~90℃;塔釜温度70~130℃,优选80~120℃。
8. 根据权利要求1所述环氧丙烷的纯化方法,其特征在于,所述第一精馏塔理论板数为15~80,优选20~65,更优选20~50。
9. 根据权利要求1所述环氧丙烷的纯化方法,其特征在于,所述第一萃取剂物流至少部分源自所述第二萃取剂物流。
10. 根据权利要求1所述环氧丙烷的纯化方法,其特征在于,所述第二精馏塔操作条件包括:塔顶压力0.15~0.40MPaG,优选0.18~0.30MPaG;塔顶温度62~88℃,优选66~79℃。
11. 根据权利要求1所述环氧丙烷的纯化方法,其特征在于,所述第三精馏塔操作条件包括:塔顶压力0.001~0.35MPaG,优选0.01~0.30MPaG;塔顶温度30~100℃,优选35~80℃。
12. 根据权利要求1所述环氧丙烷的纯化方法,其特征在于,所述第一物流液液分相以回收共沸剂。
13. 根据权利要求12所述环氧丙烷的纯化方法,其特征在于,所述第一物流进入分相器,分相后得到轻相物流和重相物流;所述轻相物流返回至第一精馏塔,所述重相物流排出体系。
14. 根据权利要求13所述环氧丙烷的纯化方法,其特征在于,所述第一物流冷却后进入分相器。
15. 根据权利要求12所述环氧丙烷的纯化方法,其特征在于,液液分相时加入补充水物流。
16. 根据权利要求15所述氧丙烷的纯化方法,其特征在于,以重量百分比计,所述补充

水物流的流量是原料物流所含杂质流量的 (0.01~10) :1, 优选 (0.1~8) :1, 更优选 (1~4) :1。

17. 根据权利要求1所述环氧丙烷的纯化方法, 其特征在于, 所述第一萃取剂物流的流量与所述粗环氧丙烷物流的流量的比例为 (2~20) :1, 优选 (3~15) :1, 更优选 (5~10) :1。

## 环氧丙烷的纯化方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种环氧丙烷的纯化方法。

### 背景技术

[0002] 环氧丙烷 (PO) 主要用于聚醚多元醇、丙二醇和丙二醇醚的生产,在丙烯衍生物中的产量仅次于聚丙烯,是第二大丙烯衍生物。据统计,2011年,全球用于聚醚多元醇生产的环氧丙烷约占总消费量的66%,用于丙二醇生产的约占17%,用于丙二醇醚生产的环氧丙烷约占6%。2011年,全球环氧丙烷产能为882.2万吨,2016年已突破1000万吨。预计到2020年,环氧丙烷生产能力将达到1200万吨/年,需求量达到1000万吨/年。长期来看,世界范围内环氧丙烷市场前景依然乐观。

[0003] 预计未来几年环氧丙烷的年需求增长量在4~8%,其中亚洲市场需求量可能增速较快,尤其近年来中国及印度市场对于环氧丙烷消费量较其他国家增加更为迅猛。预计未来五年环氧丙烷的年需求量将达到1300~1400万吨左右。

[0004] 世界环氧丙烷主要生产地区在西欧、北美和亚洲。国外环氧丙烷产业集中度很高,美国Dow化学和Lyondell公司是世界上最大的生产商,控制了世界环氧丙烷的大部分市场。Dow化学公司分别在美国、德国、巴西等地建有生产装置,均采用氯醇法技术。Lyondell公司分别在美国、法国、荷兰、中国等地建有生产装置,采用共氧化法技术。目前,世界采用氯醇法路线的环氧丙烷产能占总产能的40~45%,共氧化法产能占55~60%。随着环保要求的提高,氯醇法将逐渐被取代。

[0005] 作为生产环氧丙烷的方法,已知有过氧化氢异丙苯(或乙苯)与丙烯反应的方法。该反应得到的反应溶液中有目的反应产物环氧丙烷,还含有C5~C6烃类、水、醛(甲醛、乙醛、丙醛)及甲醇、丙酮、甲酸甲酯等含氧有机化合物杂质。因此,需要从反应溶液中分离、回收高纯度环氧丙烷的多次精制工序。

[0006] 环氧丙烷产品对水、醛、醇、酮有严格要求,水会影响聚合物的羟值和发泡性能,醛的含量是环保要求,C5~C6烃类会影响产品的色度,因此,国标对产品纯度有严格要求。

[0007] 国标中环氧丙烷优等品质量纯度要求为:环氧丙烷 $\geq 99.95\%$ ,水 $\leq 0.02\%$ ,乙醛+丙醛 $\leq 0.005\%$ ,酸 $\leq 0.003\%$ 。

[0008] 丙烯环氧化反应产物中,含有水、甲醇、甲醛、乙醛、丙酮、丙醛、甲酸甲酯等杂质。其中,水、甲醇、乙醛、丙醛、甲酸甲酯等杂质与环氧丙烷形成共沸物或相对挥发度接近于1,普通精馏难以达到环氧丙烷产品标准。为了得到符合聚合要求的高纯度环氧丙烷,必须将环氧丙烷中含有的杂质分离除去。粗环氧丙烷通过脱轻(普通精馏)可以脱除甲醛和大部分的乙醛,脱重(普通精馏)可以脱除丙酮和超过98%的丙醛,和大约50%左右的水。

[0009] 环氧丙烷的纯化一般采用C<sub>7</sub>~C<sub>20</sub>直链和支链烃类和(或)二醇类作为萃取剂。从经济性考虑,环氧丙烷的纯化过程采用C<sub>8</sub>直链和支链烷烃的混合物作为萃取剂。萃取剂的加入使乙醛、水、甲醇、甲酸甲酯对环氧丙烷相对挥发度变大,乙醛、水、甲醇、甲酸甲酯从塔顶移出。

[0010] 文献CN100537553C公开了一种环氧丙烷的纯化方法,该方法为含有甲酸甲酯作为杂质的环氧丙烷的纯化方法,将碳原子数7~10的烃作为萃取剂,采用萃取蒸馏的方法,萃取蒸馏塔的塔顶获得的馏出液中添加水,进行油水分离操作,将分离的油层再利用于萃取蒸馏塔中,另一方面,将分离的水层除去至系统外,作为萃取蒸馏塔的塔底液得到甲酸甲酯浓度有所降低的环氧丙烷。该技术只可用于可以与萃取剂共沸的沸点低于环氧丙烷的轻组分杂质,而且分相时杂质在水分配比例远大于与杂质在萃取剂分配比例的杂质的脱除。

[0011] 文献CN1307168C公开了一种环氧丙烷的精制方法,该方法在萃取蒸馏塔内用C<sub>7</sub>~C<sub>20</sub>的烃萃取剂,对通过异丙苯过氧化氢与丙烯反应得到的、含有环氧丙烷及含有水、烃及含氧有机化合物等杂质的反应溶液进行萃取蒸馏。并详细说明关于降低萃取剂中的丙二醇浓度的方法,可以列举蒸馏分离、吸附、洗涤、静置分离、萃取等分离方法,优选洗涤法分离。

[0012] 从现有技术来看,目前的现状是,仍旧需要一种投资小,环氧丙烷收率高,能耗低的环氧丙烷的纯化方法。

### 发明内容

[0013] 本发明人在现有技术的基础上经过刻苦的研究发现,通过在共沸剂存在下进行精馏的方法脱除环氧丙烷反应溶液中的杂质,就可以解决至少一个前述的问题,并由此完成了本发明。

[0014] 具体而言,本发明涉及一种环氧丙烷的纯化方法。所述方法包括:

[0015] a) 在共沸剂存在下,含环氧丙烷、以及含有水、烃和含氧有机化合物的杂质的原料物流进入第一精馏塔,塔顶得到第一物流,塔釜得到粗环氧丙烷物流;所述共沸剂选自C<sub>4</sub>烷烃;

[0016] b) 所述粗环氧丙烷物流和第一萃取剂物流进入第二精馏塔,塔顶得到第一杂质物流,塔上部侧线得到环氧丙烷产品物流,塔釜得到粗萃取剂物流;

[0017] c) 所述粗萃取剂物流进入第三精馏塔,塔顶得到第二杂质物流,塔釜得到第二萃取剂物流。

[0018] 根据本发明的一个方面,以重量百分比计,所述共沸剂与原料物流中环氧丙烷的比例为(2~15):1,优选(3~10):1,更优选(4~8):1。

[0019] 根据本发明的一个方面,所述原料源自有机氢过氧化物与丙烯环氧化反应的产物。

[0020] 根据本发明的一个方面,以重量百分比计,所述原料物流中杂质含量为0.001~5.0%,优选0.001~2.5%,更优选0.001~2.0%。

[0021] 根据本发明的一个方面,所述含氧有机化合物包括选自由甲醇、甲醛、乙醛、丙醛、丙酮和甲酸甲酯组成的组中的至少一种,所述烃选自C<sub>5</sub>~C<sub>6</sub>烃。

[0022] 根据本发明的一个方面,所述第一精馏塔在足以使共沸剂和至少一种杂质形成共沸物的条件下操作。

[0023] 根据本发明的一个方面,所述条件包括:塔顶压力0.25~1.20MPaG,优选0.35~1.00MPaG;塔顶温度15~100℃,优选42~90℃;塔釜温度70~130℃,优选80~120℃。

[0024] 根据本发明的一个方面,所述第一精馏塔理论板数为15~80,优选20~65,更优选20~50。

[0025] 根据本发明的一个方面,所述第一萃取剂物流至少部分源自所述第二萃取剂物流。

[0026] 根据本发明的一个方面,所述第二精馏塔操作条件包括:塔顶压力0.15~0.40MPaG,优选0.18~0.30MPaG;塔顶温度62~88℃,优选66~79℃。

[0027] 根据本发明的一个方面,所述第三精馏塔操作条件包括:塔顶压力0.001~0.35MPaG,优选0.01~0.30MPaG;塔顶温度30~100℃,优选35~80℃。

[0028] 根据本发明的一个方面,所述第一物流液液分相以回收循环共沸剂。

[0029] 根据本发明的一个方面,所述第一物流进入分相器,分相后得到轻相物流和重相物流;所述轻相物流返回至第一精馏塔,所述重相物流排出体系。

[0030] 根据本发明的一个方面,所述第一物流冷却后进入分相器。

[0031] 根据本发明的一个方面,液液分相时加入补充水物流。

[0032] 根据本发明的一个方面,以重量百分比计,所述补充水物流的流量是原料物流所含杂质流量的(0.01~10):1,优选(0.1~8):1,更优选(1~4):1。

[0033] 根据本发明的一个方面,所述第一萃取剂物流的流量与所述粗环氧丙烷物流的流量的比例为(2~20):1,优选(3~15):1,更优选(5~10):1。

[0034] 本发明的有益效果:本发明方法利用共沸剂C4烷烃可以与杂质中的至少一部分,例如水、甲醇、甲醛、乙醛、丙醛、甲酸甲酯形成共沸,并且可以提高不能与其形成共沸物的杂质,例如丙酮,对环氧丙烷的相对挥发度,从而将水和含氧有机化合物杂质从体系中排出;同时,利用萃取剂增大C<sub>5</sub>~C<sub>6</sub>烃类杂质对环氧丙烷的相对挥发度,从而将杂质C<sub>5</sub>~C<sub>6</sub>烃类从体系中排出,提高了环氧丙烷的纯度和收率。

## 附图说明

[0035] 图1为本发明所述方法的流程示意图。

[0036] 附图标记说明:

[0037] 1 原料物流

[0038] 2 粗环氧丙烷物流

[0039] 3 第一物流:塔顶气相物流(主要是共沸剂和杂质)

[0040] 4 冷却后的第一物流

[0041] 5 含大量共沸剂的轻相物流(有机相)

[0042] 6 含大量杂质的重相物流(水相)

[0043] 7 第一杂质物流

[0044] 8 环氧丙烷产品物流

[0045] 9 粗萃取剂物流

[0046] 10 第二萃取剂物流

[0047] 11 第二杂质物流

[0048] 12 补充水物流

[0049] A 第一精馏塔(分离塔)

[0050] B 冷却器

[0051] C 分相器

[0052] D 第二精馏塔(环氧丙烷产品塔)

[0053] E 第三精馏塔(萃取剂回收塔)

[0054] 下面结合附图对本发明进行详细说明,但是需要指出的是,本发明的保护范围并不受此限制,而是由附录的权利要求书来确定。

[0055] 本说明书提到的所有出版物、专利申请、专利和其它参考文献全都通过引用并入本文。除非另有定义,本说明书所用的所有技术和科学术语都具有本领域技术人员常规理解的含义。在有冲突的情况下,以本说明书的定义为准。

[0056] 当本说明书以词头“本领域技术人员公知”、“现有技术”或其类似用语来导出材料、物质、方法、步骤、装置或部件等时,该词头导出的对象涵盖本申请提出时本领域常规使用的那些,但也包括目前还不常用,却将变成本领域公认为适用于类似目的的那些。

[0057] 在本说明书的上下文中,除了明确说明的内容之外,未提到的任何事宜或事项均直接适用本领域已知的那些而无需进行任何改变。而且,本文描述的任何实施方式均可以与本文描述的一种或多种其他实施方式自由结合,由此而形成的技术方案或技术思想均视为本发明原始公开或原始记载的一部分,而不应被视为是本文未曾披露或预期过的新内容,除非本领域技术人员认为该结合是明显不合理的。

[0058] 在没有明确指明的情况下,本说明书内所提到的所有百分数、份数、比率等都是以重量为基准的,除非以重量为基准时不符合本领域技术人员的常规认识。

[0059] 在没有明确指明的情况下,本说明书内所提到的理论板数都是从上至下计算,即塔顶冷凝器是第一块理论板,塔釜再沸器是最后一块理论板。

[0060] 在没有明确指明的情况下,本说明书内所提到的压力是指相对压力。

[0061] 本发明纯化方法所用的原料源自有机氢过氧化物与丙烯环氧化反应的产物物流,主要含有环氧丙烷,质量分数大于等于98wt%、小于等于99.95wt%,杂质为水、以及包括甲醇、甲醛、乙醛、丙醛、丙酮、甲酸甲酯在内的含氧有机化合物。以重量百分比计,原料中杂质含量为0.001~5.0%,优选0.001~2.5%,更优选0.001~2.0%。

[0062] 环氧丙烷纯化使用萃取剂进行萃取精馏是被公知的。一般采用C7~C20直链和支链烃类和(或)二醇类作为萃取剂,萃取精馏精制环氧丙烷。而本发明创造性地采用共沸剂共沸精馏精制环氧丙烷。选择共沸剂的原则是能够与杂质全部或部分形成低沸点共沸物,而不与环氧丙烷形成共沸物;同时,对于不与共沸剂形成共沸物的杂质,能够起到萃取剂的效果,增大其对环氧丙烷的相对挥发度,大于1,从而从塔顶分离出去。本发明人经过研究发现,C4烷烃可以与杂质水、甲醇、甲醛、乙醛、丙醛、甲酸甲酯形成共沸,并且可以提高丙酮等杂质对环氧丙烷的相对挥发度,从而将水、甲醇、甲醛、乙醛、丙醛、甲酸甲酯、丙酮等杂质从体系中排出。共沸剂选自C4烷烃,例如正丁烷和异丁烷,优选正丁烷。

[0063] 根据本发明,图1中,含环氧丙烷与杂质的原料物流1进入分离塔A,塔釜得到粗环氧丙烷物流2,塔顶得到塔顶气相物流-第一物流3。由此,原料物流中的水、以及大部分含氧有机化合物杂质排出体系。

[0064] 根据本发明,分离塔在足以使共沸剂和至少一种杂质形成共沸物的条件下操作。本发明人研究发现,通过控制分离塔操作条件,当共沸物压力低于551kPaA(以绝压计)时,共沸剂C4烷烃和杂质水、甲醇、甲醛、乙醛、丙醛、甲酸甲酯形成低温度共沸物,利用此共沸物及共沸类型,低温度共沸物从分离塔顶采出;同时,不与C4烷烃形成共沸物的杂质,例如,

丙酮,对环氧丙烷的相对挥发度增大,大于1,被萃取至塔顶。当压力大于等于551kPaA(以绝压计)时,共沸剂C4烷烃和杂质水、甲醇、甲醛、乙醛、丙醛、甲酸甲酯、丙酮形成低温度共沸物,利用此共沸物及共沸类型,低温度共沸物从分离塔顶采出。

[0065] 本发明人研究还发现,对于共沸剂C4烷烃和杂质水、甲醇、甲醛、乙醛、丙醛、甲酸甲酯、丙酮形成的低温度共沸物,随压力的提高,除正丁烷-甲醛共沸组成中共沸剂的含量微有升高外,大多数共沸组成中共沸剂的含量逐渐降低,杂质的含量增加。所以,提高压力对整体的分离效果有益,可以降低共沸剂的用量;但另一方面,提高压力会增加设备壁厚,提高设备材质等级,从而增加投资。

[0066] 本发明人研究还发现,少部分甲醛、乙醛会与甲醇发生反应生成半缩醛、缩醛,而半缩醛、缩醛沸点高于环氧丙烷,在分离塔分离时会跟随粗环氧丙烷产品物流进入后续环氧丙烷产品塔,在环氧丙烷产品塔内,半缩醛、缩醛重新分解生成甲醛、乙醛与甲醇,跟随环氧丙烷进入塔顶,影响环氧丙烷产品的纯度。而高温操作,可以减少甲醛、乙醛与甲醇发生反应形成半缩醛和缩醛。

[0067] 综合以上因素考虑,分离塔精馏条件包括:塔顶压力0.25~1.20MPaG,优选0.35~1.00MPaG;塔顶温度15~100℃,优选42~90℃;塔釜温度70~130℃,优选80~120℃。

[0068] 根据本发明,以重量百分比计,共沸剂与原料物流中环氧丙烷的比例为(2~15):1,优选(3~10):1,更优选(4~8):1。因为共沸剂是循环使用,所以共沸剂与原料物流中环氧丙烷的比例,是指分离塔塔顶回流液(即物流5)中共沸剂与原料物流中环氧丙烷的比例。

[0069] 根据本发明,分离塔理论板数为15~80,优选20~65,更优选20~50。

[0070] 根据本发明,图1中,粗环氧丙烷物流2和第一萃取剂物流进入环氧丙烷产品塔D,塔顶得到第一杂质物流7,塔上部侧线得到环氧丙烷产品物流8,塔釜得到粗萃取剂物流9。粗萃取剂物流9进入萃取剂回收塔,塔顶得到第二杂质物流11,塔釜得到第二萃取剂物流10。第一萃取剂物流可以是新鲜的萃取剂,也可以使用后续萃取剂回收塔回收循环的第二萃取剂物流10。

[0071] 如前所述,少部分甲醛、乙醛会与甲醇发生反应生成半缩醛、缩醛,而半缩醛、缩醛沸点高于环氧丙烷,在分离塔分离时会跟随粗环氧丙烷产品物流进入环氧丙烷产品塔,在环氧丙烷产品塔内,半缩醛、缩醛重新分解生成甲醛、乙醛与甲醇,跟随环氧丙烷进入塔顶,影响环氧丙烷产品的纯度。此外,C5~C6烃类杂质与环氧丙烷相对挥发度接近1,也会在分离塔分离时跟随粗环氧丙烷产品物流进入环氧丙烷产品塔,普通精馏难以分离。因此,本发明将含有杂质半缩醛、缩醛以及杂质C5~C6烃类的粗环氧丙烷产品物流2送入环氧丙烷产品塔,采用C8烃类作为萃取剂进行萃取精馏,可增大甲醛、乙醛与甲醇与环氧丙烷的相对挥发度,以及环氧丙烷与C5~C6烃类杂质的相对挥发度。从而,在环氧丙烷产品塔顶部得到含有杂质甲醛、乙醛、甲醇和环氧丙烷的第一杂质物流,这股物流可返回分离塔回炼,进一步脱除杂质甲醛、乙醛、甲醇,回收环氧丙烷;环氧丙烷产品塔上部侧线采出环氧丙烷产品物流;塔釜采出的含杂质C5~C6烃类的粗萃取剂物流9送入萃取剂回收塔。萃取剂回收塔塔顶得到含有杂质C5~C6烃类的第二杂质物流11,塔釜得到净化后的第二萃取剂物流10。本技术方案不仅可以得到满足国标要求的环氧丙烷产品,而且萃取剂损失小,杂质脱除率高。

[0072] 根据本发明,第一萃取剂物流的流量与粗环氧丙烷物流的流量的比例为(2~20):1,优选(3~15):1,更优选(5~10):1。萃取剂可以为正辛烷、异辛烷、乙苯、异丙苯,优选正



辛烷、异辛烷。

[0073] 根据本发明,环氧丙烷产品塔操作条件包括:塔顶压力0.15~0.40MPaG,优选0.18~0.30MPaG;塔顶温度62~88℃,优选66~79℃。

[0074] 根据本发明,萃取剂回收塔操作条件包括:塔顶压力0.001~0.35MPaG,优选0.01~0.30MPaG;塔顶温度30~100℃,优选35~80℃。

[0075] 根据本发明,物流3通过液液分相以回收共沸剂,该方法方便、简单、廉价。作为本发明的一个优选实施方式,如图1,第一物流3进入分相器C,优选经冷却器B冷却后进入分相器C。分相后得到含大量共沸剂的轻相物流5(有机相)和含大量杂质的重相物流6(水相)。轻相物流5循环回至分离塔A,重相物流6排出体系。由此,将水、以及含氧有机化合物等杂质从共沸剂循环体系中排出,净化了循环共沸剂,提高了共沸剂纯度,减少了共沸剂的损失。并且,与传统的、使用萃取剂进行萃取精馏纯化环氧丙烷需要萃取剂回收塔回收循环萃取剂相比,本发明方法不需共沸剂回收塔,仅需分相器即可,简化了流程,节省了设备投资,降低了能耗;同时,采用共沸精馏先脱除水和大部分的含氧有机化合物,再采用萃取精馏脱除因形成半缩醛、缩醛的小部分甲醛、甲醇和乙醛等含氧有机化合物杂质,以及C5~C6烃类,大大减少了萃取剂的用量,从而进一步降低了萃取剂回收塔的设备投资和能耗。

[0076] 作为本发明的一个优选实施方式,为使甲醇、甲醛、乙醛、丙醛、丙酮、甲酸酯等含氧有机化合物杂质更好地与共沸剂C4烃分离,分相器液液分相时加入补充水物流。补充水物流可以是液态水,也可以是中压蒸汽。因为甲醇、甲醛、乙醛、丙醛、丙酮、甲酸甲酯等含氧有机化合物杂质都溶于水,通过加入少量的水进行充分混合洗涤分相,可明显强化分相过程,降低共沸剂损失20%以上,共沸剂纯度提高1~5%。补充水物流可以在分离塔顶气相采出口至分相器之前任意位置补加。但是,补充水物流加入过多,会增加设备投资费用,同时会增加废水量,因此需要控制加入补充水物流在一定范围内,以重量百分比计,补充水物流的流量是原料物流所含杂质流量的(0.01~10):1,优选(0.1~8):1,更优选(1~4):1。

[0077] 本发明方法中,以杂质脱除率表示杂质脱除效果。杂质脱除率定义为:以重量百分比计,重相物流(水相)中含有的杂质质量与原料物流中杂质质量的比例。

[0078] 下面通过具体实施方式对本发明作进一步的阐述。

## 具体实施方式

### [0079] 【实施例1】

[0080] 按照图1所示工艺流程,共沸剂为正丁烷,以重量百分比计,共沸剂与原料物流中1,2-环氧丙烷的比例为6.0:1,分离塔理论板数45;以重量百分比计,原料物流中杂质含量为2.0%,补充水物流流量是原料物流所含杂质流量的比值2:1;萃取剂为正辛烷,萃取剂与原料物流中环氧丙烷的比例为6:1。

[0081] 分离塔操作压力0.25MPaG,操作温度37℃,塔釜粗环氧丙烷产品温度75℃。

[0082] P0产品塔操作压力0.20MPaG,操作温度69℃,塔釜粗萃取剂温度169℃。

[0083] 萃取剂回收塔操作压力0.02MPaG,操作温度40℃,塔釜粗萃取剂温度132℃。

[0084] 按照图1所示工艺流程,P0产品塔上部侧线采出底部得到1,2-环氧丙烷产品纯度为99.95%,回收率99.30%,分离塔顶部共沸剂损失率0.26%,P0产品塔和萃取剂回收塔萃取剂损失率0.40%,全部杂质脱除率为90.50%。

**[0085] 【实施例2】**

[0086] 按照图1所示工艺流程,共沸剂为正丁烷,以重量百分比计,共沸剂与原料物流中1,2-环氧丙烷的比例为6.0:1,分离塔理论板数45;以重量百分比计,原料物流中杂质含量为2.0%,补充水物流流量是原料物流所含杂质流量的比值2:1;萃取剂为正辛烷,萃取剂与原料物流中环氧丙烷的比例为6:1。

[0087] 分离塔操作压力0.35MPaG,操作温度46℃,塔釜粗环氧丙烷产品温度84℃。

[0088] P0产品塔操作压力0.25MPaG,操作温度74℃,塔釜粗萃取剂温度176℃。

[0089] 萃取剂回收塔操作压力0.05MPaG,操作温度46℃,塔釜粗萃取剂温度141℃。

[0090] 按照图1所示工艺流程,P0产品塔上部侧线采出底部得到1,2-环氧丙烷产品纯度为99.95%,回收率99.40%,分离塔顶部共沸剂损失率0.22%,P0产品塔和萃取剂回收塔萃取剂损失率0.36%,全部杂质脱除率为92.50%。

**[0091] 【实施例3】**

[0092] 按照图1所示工艺流程,共沸剂为正丁烷,以重量百分比计,共沸剂与原料物流中1,2-环氧丙烷的比例为6.0:1,分离塔理论板数45;以重量百分比计,原料物流中杂质含量为2.0%,补充水物流流量是原料物流所含杂质流量的比值2:1;萃取剂为正辛烷,萃取剂与原料物流中环氧丙烷的比例为6:1。

[0093] 分离塔操作压力0.90MPaG,操作温度79℃,塔釜粗环氧丙烷产品温度118℃。

[0094] P0产品塔操作压力0.30MPaG,操作温度79℃,塔釜粗萃取剂温度182℃。

[0095] 萃取剂回收塔操作压力0.15MPaG,操作温度63℃,塔釜粗萃取剂温度162℃。

[0096] 按照图1所示工艺流程,P0产品塔上部侧线采出底部得到1,2-环氧丙烷产品纯度为99.95%,回收率99.60%,分离塔顶部共沸剂损失率0.18%,P0产品塔和萃取剂回收塔萃取剂损失率0.32%,全部杂质脱除率为94.50%。

**[0097] 【实施例4】**

[0098] 按照图1所示工艺流程,共沸剂为正丁烷,以重量百分比计,共沸剂与原料物流中1,2-环氧丙烷的比例为6.0:1,分离塔理论板数45;以重量百分比计,原料物流中杂质含量为2.0%,补充水物流流量是原料物流所含杂质流量的比值2:1;萃取剂为正辛烷,萃取剂与原料物流中环氧丙烷的比例为6:1。

[0099] 分离塔操作压力1.00MPaG,操作温度83℃,塔釜粗环氧丙烷产品温度123℃。

[0100] P0产品塔操作压力0.35MPaG,操作温度84℃,塔釜粗萃取剂温度188℃。

[0101] 萃取剂回收塔操作压力0.30MPaG,操作温度79℃,塔釜粗萃取剂温度184℃。

[0102] 按照图1所示工艺流程,P0产品塔上部侧线采出底部得到1,2-环氧丙烷产品纯度为99.95%,回收率99.62%,分离塔顶部共沸剂损失率0.17%,P0产品塔和萃取剂回收塔萃取剂损失率0.31%,全部杂质脱除率为94.50%。

**[0103] 【实施例5】**

[0104] 按照图1所示工艺流程,共沸剂为正丁烷,以重量百分比计,共沸剂与原料物流中1,2-环氧丙烷的比例为4.0:1,分离塔理论板数45;以重量百分比计,原料物流中杂质含量为2.0%,补充水物流流量是原料物流所含杂质流量的比值2:1,萃取剂为正辛烷,萃取剂与原料物流中环氧丙烷的比例为7.5:1。

[0105] 分离塔操作压力0.90MPaG,操作温度79℃,塔釜粗环氧丙烷产品温度118℃。

[0106] P0产品塔操作压力0.20MPaG,操作温度69℃,塔釜粗萃取剂温度169℃。

[0107] 萃取剂回收塔操作压力0.02MPaG,操作温度40℃,塔釜粗萃取剂温度132℃。

[0108] 按照图1所示工艺流程,P0产品塔上部侧线采出底部得到1,2-环氧丙烷产品纯度为99.95%,回收率99.50%,分离塔顶部共沸剂损失率0.20%,P0产品塔和萃取剂回收塔萃取剂损失率0.34%,全部杂质脱除率为93.5%。

[0109] **【实施例6】**

[0110] 按照图1所示工艺流程,共沸剂为正丁烷,以重量百分比计,共沸剂与原料物流中1,2-环氧丙烷的比例为8.0:1,分离塔理论板数45;以重量百分比计,原料物流中杂质含量为2.0%,补充水物流流量是原料物流所含杂质流量的比值2:1,萃取剂为正辛烷,萃取剂与原料物流中环氧丙烷的比例为7.5:1。

[0111] 分离塔操作压力0.90MPaG,操作温度79℃,塔釜粗环氧丙烷产品温度118℃。

[0112] P0产品塔操作压力0.20MPaG,操作温度69℃,塔釜粗萃取剂温度169℃。

[0113] 萃取剂回收塔操作压力0.02MPaG,操作温度40℃,塔釜粗萃取剂温度132℃。

[0114] 按照图1所示工艺流程,P0产品塔上部侧线采出底部得到1,2-环氧丙烷产品纯度为99.95%,回收率99.70%,分离塔顶部共沸剂损失率0.16%,P0产品塔和萃取剂回收塔萃取剂损失率0.30%,全部杂质脱除率为95.50%。

[0115] **【实施例7】**

[0116] 按照图1所示工艺流程,共沸剂为正丁烷,以重量百分比计,共沸剂与原料物流中1,2-环氧丙烷的比例为10.0:1,分离塔理论板数45;以重量百分比计,原料物流中杂质含量为2.0%,补充水物流流量是原料物流所含杂质流量的比值2:1,萃取剂为正辛烷,萃取剂与原料物流中环氧丙烷的比例为7.5:1。

[0117] 分离塔操作压力0.90MPaG,操作温度79℃,塔釜粗环氧丙烷产品温度118℃。

[0118] P0产品塔操作压力0.20MPaG,操作温度69℃,塔釜粗萃取剂温度169℃。

[0119] 萃取剂回收塔操作压力0.02MPaG,操作温度40℃,塔釜粗萃取剂温度132℃。

[0120] 按照图1所示工艺流程,P0产品塔上部侧线采出底部得到1,2-环氧丙烷产品纯度为99.95%,回收率99.72%,分离塔顶部共沸剂损失率0.15%,P0产品塔和萃取剂回收塔萃取剂损失率0.29%,全部杂质脱除率为95.70%。

[0121] **【实施例8】**

[0122] 按照图1所示工艺流程,共沸剂为丁烷,以重量百分比计,共沸剂与原料物流中1,2-环氧丙烷的比例为4.0:1,分离塔理论板数30;以重量百分比计,原料物流中杂质含量为1.5%,补充水物流流量是原料物流所含杂质流量的比值4:1,萃取剂为正辛烷,萃取剂与原料物流中环氧丙烷的比例为7.5:1。

[0123] 分离塔操作压力0.90MPaG,操作温度79℃,塔釜粗环氧丙烷产品温度118℃。

[0124] P0产品塔操作压力0.20MPaG,操作温度69℃,塔釜粗萃取剂温度169℃。

[0125] 萃取剂回收塔操作压力0.02MPaG,操作温度40℃,塔釜粗萃取剂温度132℃。

[0126] 按照图1所示工艺流程,P0产品塔上部侧线采出底部得到1,2-环氧丙烷产品纯度为99.95%,回收率99.55%,分离塔顶部共沸剂损失率0.18%,P0产品塔和萃取剂回收塔萃取剂损失率0.32%,全部杂质脱除率为93.70%。

[0127] **【实施例9】**

[0128] 按照图1所示工艺流程,共沸剂为异丁烷,以重量百分比计,共沸剂与原料物流中1,2-环氧丙烷的比例为4.0:1,分离塔理论板数20;以重量百分比计,原料物流中杂质含量为1.0%,补充水物流流量是原料物流所含杂质流量的比值6:1,萃取剂为异辛烷,萃取剂与原料物流中环氧丙烷的比例为7.5:1。

[0129] 分离塔操作压力0.90MPaG,操作温度79℃,塔釜粗环氧丙烷产品温度118℃。

[0130] P0产品塔操作压力0.20MPaG,操作温度69℃,塔釜粗萃取剂温度169℃。

[0131] 萃取剂回收塔操作压力0.02MPaG,操作温度40℃,塔釜粗萃取剂温度132℃。

[0132] 按照图1所示工艺流程,P0产品塔上部侧线采出底部得到1,2-环氧丙烷产品纯度为99.95%,回收率99.60%,分离塔顶部共沸剂损失率0.16%,P0产品塔和萃取剂回收塔萃取剂损失率0.40%,全部杂质脱除率为93.90%。

[0133] **【实施例10】**

[0134] 按照图1所示工艺流程,共沸剂为正丁烷与异丁烷混合物,以重量百分比计,共沸剂与原料物流中1,2-环氧丙烷的比例为5:1,分离塔理论板数45;以重量百分比计,原料物流中杂质含量为2.0%,补充水物流流量是原料物流所含杂质流量的比值2:1,萃取剂为乙苯,萃取剂与原料物流中环氧丙烷的比例为7.5:1。

[0135] 分离塔操作压力0.90MPaG,操作温度79℃,塔釜粗环氧丙烷产品温度118℃。

[0136] P0产品塔操作压力0.20MPaG,操作温度69℃,塔釜粗萃取剂温度169℃。

[0137] 萃取剂回收塔操作压力0.02MPaG,操作温度40℃,塔釜粗萃取剂温度132℃。

[0138] 按照图1所示工艺流程,P0产品塔上部侧线采出底部得到1,2-环氧丙烷产品纯度为99.95%,回收率99.35%,分离塔顶部共沸剂损失率0.25%,P0产品塔和萃取剂回收塔萃取剂损失率0.39%,全部杂质脱除率为90.48%。

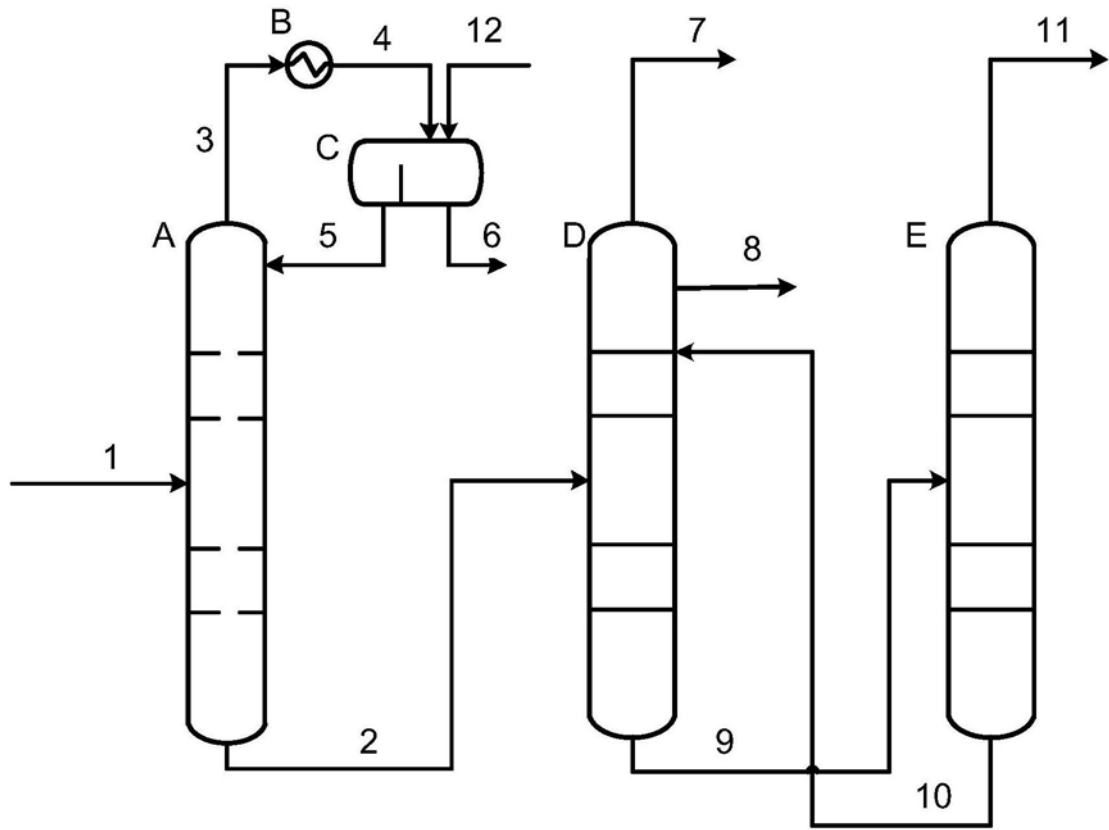


图1