



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110804018 B

(45) 授权公告日 2023. 10. 31

(21) 申请号 201911264234.6

(22) 申请日 2019.12.11

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 110804018 A

(43) 申请公布日 2020.02.18

(73) 专利权人 河北美邦工程科技股份有限公司

地址 050000 河北省石家庄市高新区珠江
大道88号长九中心1号联盟总部办公
楼01单元0801

(72) 发明人 高文杲 金作宏 卢远峰 南向竹
吴洪太 刘东 魏朝帅 闫利军
于磊 王勐 王素霞

(74) 专利代理机构 石家庄国域专利商标事务所
有限公司 13112

专利代理师 刘晓敏

(51) Int.Cl.

C07D 223/10 (2006.01)

C07D 201/16 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 211111800 U, 2020.07.28

CN 104098495 A, 2014.10.15

CN 1793124 A, 2006.06.28

CN 105037233 A, 2015.11.11

CN 108623523 A, 2018.10.09

CN 110066249 A, 2019.07.30

US 6093788 A, 2000.07.25

审查员 旭昀

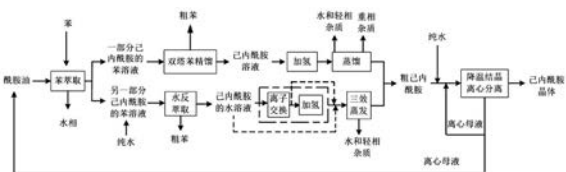
权利要求书1页 说明书7页 附图1页

(54) 发明名称

一种己内酰胺的精制方法及精制系统

(57) 摘要

本发明提供了一种己内酰胺的精制方法及精制系统,所述精制方法包括以下步骤:苯萃取、一部分油相经苯蒸馏、加氢、蒸馏得到粗己内酰胺,另一部分油相经水反萃取、离子交换、加氢、三效蒸发得到粗己内酰胺,得到的粗己内酰胺混合后进行降温结晶、离心分离,得到各种类型的己内酰胺固态产品。本发明与传统的精制工艺相比,无大量废水的排放,减轻了环保压力,降低能耗;得到的己内酰胺产品为固态,产品质量优异且稳定,可长期储存,运输过程安全性高,还可提高下游产品的生产工艺的稳定性;还可生产出符合GB/T13254-2017标准中要求的各类产品,满足市场上对高端、中端、低端等各类产品的需求,增加生产的灵活性,有利于对市场的把控,提高企业的市场竞争力。



1. 一种己内酰胺的精制方法,其特征在于,包括如下步骤:

(1) 苯萃取

向经贝克曼重排后得到的酰胺油中加入苯,混匀,静置分层后,上部得到己内酰胺的苯溶液,下部得到水相;

(2) 第一除杂工序

2.1) 苯蒸馏

将步骤(1)得到的一部分己内酰胺的苯溶液进行双塔精馏,塔顶得到粗苯,塔底得到己内酰胺溶液;

2.2) 加氢反应

将步骤(2.1)中得到的己内酰胺溶液进行加氢反应得到加氢反应液,以将己内酰胺溶液中的不饱和杂质转化为饱和杂质;

2.3) 蒸馏

将步骤(2.2)得到的加氢反应液进行蒸馏,得到粗己内酰胺;

(3) 第二除杂工序

3.1) 水反萃取

向步骤(1)得到的另一部分己内酰胺的苯溶液中加入纯水进行水反萃取,混匀,静置分层后,上部得到粗苯,下部得到己内酰胺水溶液;

3.2) 离子交换

将步骤(3.1)中得到的己内酰胺水溶液进行离子交换处理,去除溶液中的离子杂质;

3.3) 加氢反应

将步骤(3.2)中得到的去除离子杂质的己内酰胺水溶液进行加氢反应,得到反应液;

3.4) 三效蒸发

将步骤(3.3)中得到的反应液进行蒸发脱除水和轻相杂质,得到粗己内酰胺;水和轻相杂质送去环保处理单元;

或者,不经过步骤(3.3),完成离子交换后直接进行三效蒸发;

或者,不经过步骤(3.2)和(3.3),完成水反萃取后,将溶液直接进行三效蒸发;

(4) 降温结晶、离心分离

向步骤(2.3)和步骤(3.4)中得到的粗己内酰胺中加入纯水,进行降温结晶,得到己内酰胺的结晶溶液,再进行离心分离,得到己内酰胺晶体和离心母液,己内酰胺晶体经后续干燥处理后得到己内酰胺固态产品。

2. 根据权利要求1所述的己内酰胺的精制方法,其特征在于,所述步骤(2.1)和步骤(3.1)中得到的粗苯进行处理后,回用到步骤(1)中。

3. 根据权利要求1所述的己内酰胺的精制方法,其特征在于,所述步骤(4)中,当检测到离心母液中杂质含量低于1%时,将离心母液返回至粗己内酰胺中,当检测到离心母液中杂质含量不低于1%,将离心母液送至步骤(1)的酰胺油中套用。

一种己内酰胺的精制方法及精制系统

技术领域

[0001] 本发明涉及一种有机物的精制纯化方法及精制装置,具体涉及一种己内酰胺的精制方法及精制系统。

背景技术

[0002] 己内酰胺(CPL)是一种重要的有机化工原料,主要用途是通过聚合生成聚酰胺切片(通常称为尼龙-6切片,或锦纶-6切片),可进一步加工成锦纶纤维、工程塑料、塑料薄膜,少量用于生产赖氨酸等。己内酰胺也可直接用于纺丝或直接经浇注成型做MC尼龙,MC尼龙制品作为工程塑料之一,“以塑代钢、性能卓越”,具有重量轻、强度高、自润滑、耐磨、防腐、绝缘等多种独特性能,用途极其广泛,几乎遍布所有的工业领域。

[0003] 目前,世界上约90%的己内酰胺由环己酮肟通过Beckmann重排反应制备得到。由于己内酰胺的生产过程复杂,合成的粗品己内酰胺中含有100多种杂质,杂质种类复杂,虽然含量较低,却严重影响成品己内酰胺的质量,尤其是对下游产品生产的稳定性影响较大。

[0004] 现有己内酰胺精制纯化工艺为:贝克曼重排反应物经氨中和、硫酸铵结晶后得到酰胺油,酰胺油经过苯萃取除去水溶性杂质,再经水反萃取除去溶于苯且不溶于水的有机杂质,离子交换除杂,加氢使不饱和有机物转化为饱和有机物,最后进行三效蒸发、蒸馏得到己内酰胺液态产品。此种己内酰胺精制方法存在着流程长、离子交换除杂时产生废水量大、环保压力大、后期三效蒸发蒸馏能耗高等问题,且最终得到的产品己内酰胺为液态,不利于储存和运输,需要高温储存,且储存期短,质量不稳定,对下游产品的聚合工艺的稳定性造成影响。因此为了降低能耗,降低生产成本,进一步优化己内酰胺的精制方法,生产出满足市场需求的各类己内酰胺产品,有必要对现有己内酰胺的精制方法及装置进行改进。

发明内容

[0005] 本发明的目的就是提供一种己内酰胺的精制方法及精制系统,以解决现有方法和系统能耗高、运行成本高、产品质量不稳定且产品规格单一等问题。

[0006] 本发明的目的是这样实现的:

[0007] 一种己内酰胺的精制方法,包括如下步骤:

[0008] (1) 苯萃取

[0009] 向己内酰胺生产过程中经贝克曼重排后得到的酰胺油中加入苯,经混匀,静置分层后,上部得到油相为己内酰胺的苯溶液,下部得到水相,返回至原生产工艺中;

[0010] (2) 第一除杂工序

[0011] 2.1) 苯蒸馏

[0012] 将步骤(1)得到的一部分己内酰胺的苯溶液进行双塔精馏,塔顶得到粗苯,塔底得到己内酰胺溶液,采用双塔精馏,确保苯被全部蒸出;

[0013] 2.2) 加氢反应

[0014] 将步骤(2.1)中得到的己内酰胺溶液进行加氢反应得到加氢反应液,将己内酰胺

溶液中的不饱和杂质转化为饱和杂质,避免在后续高温蒸馏时对产品品质造成影响;

[0015] 2.3) 蒸馏

[0016] 将步骤(2.2)得到的加氢反应液进行蒸馏,塔顶得到水和轻相杂质,塔底得到重相杂质,中上部得到粗己内酰胺;水和轻相杂质送去环保处理单元,重相杂质进行焚烧处理;

[0017] (3) 第二除杂工序

[0018] 3.1) 水反萃取

[0019] 向步骤(1)得到的另一部分己内酰胺的苯溶液中加入纯水进行水反萃取,经混匀,静置分层后,上部得到粗苯,下部得到己内酰胺的水溶液;

[0020] 3.2) 离子交换

[0021] 将步骤(3.1)中得到的己内酰胺的水溶液进行离子交换处理,去除溶液中的离子杂质;

[0022] 3.3) 加氢反应

[0023] 将步骤(3.2)中得到的去除离子杂质的己内酰胺水溶液进行加氢反应,得到反应液;

[0024] 3.4) 三效蒸发

[0025] 将步骤(3.3)中得到的反应液进行蒸发脱除水和轻相杂质,得到粗己内酰胺;水和轻相杂质送去环保处理单元;

[0026] (4) 降温结晶、离心分离

[0027] 向步骤(2.3)和步骤(3.4)中得到的粗己内酰胺中加入纯水,进行降温结晶,控制一定的结晶参数,得到己内酰胺的结晶溶液,后进行离心分离,得到己内酰胺晶体和离心母液,己内酰胺晶体经后续干燥处理后得到己内酰胺固态产品。

[0028] 上述精制方法可用于生产高端的己内酰胺产品,其产品品质远高于国标中优等品的标准,满足高端市场的需求。

[0029] 当用于生产中端的己内酰胺固态产品时,在第二除杂系统中可不经步骤(3.3),即完成离子交换后直接进行三效蒸发,生产出的己内酰胺产品,可满足市场上中端产品的需求。

[0030] 当用于生产低端的己内酰胺固态产品时,在第一除杂系统中的步骤(2.3)蒸馏过程中,仅蒸出水和轻相杂质;在第二除杂系统中,完成水反萃取后,将溶液直接进行三效蒸发,不经步骤(3.2)离子交换和步骤(3.3)加氢反应,生产出的己内酰胺产品可满足市场上大众产品的需求。

[0031] 所述步骤(4)中,当检测到离心母液中杂质含量低于1%时,将离心母液返回至粗己内酰胺中,当其杂质含量不低于1%,将离心母液送至酰胺油套用。

[0032] 所述步骤(2.1)和步骤(3.1)中得到的粗苯进行处理后得到苯回用到苯萃取过程中。

[0033] 本发明的工艺流程示意图见图1。

[0034] 本发明还提供了一种己内酰胺的精制系统,包括依次相连的苯萃取单元、除杂系统、结晶单元和离心分离单元,所述除杂系统包括并联的第一除杂系统和第二除杂系统,所述第一除杂系统包括依次相连的苯蒸馏单元、第一加氢反应单元和蒸馏单元,所述第二除杂系统包括依次相连的水反萃取单元、离子交换单元、第二加氢反应单元和三效蒸发单元。

[0035] 在所述苯萃取单元设有酰胺油加入口、苯加入口、硫酸铵溶液排出口和己内酰胺的苯溶液排出口,所述己内酰胺的苯溶液排出口分出两条管道,其中一条管道与第一除杂系统的苯蒸馏单元相连,另一条管道与第二除杂系统的水反萃取单元相连。

[0036] 在第一除杂系统中,苯蒸馏单元包括加压苯蒸馏塔和减压苯蒸馏塔,加压苯蒸馏塔的中部进口与苯萃取单元的己内酰胺的苯溶液排出口相连,加压苯蒸馏塔的底部出口通过管道与减压苯蒸馏塔的中部入口相连,减压苯蒸馏塔的底部出口通过管道与第一加氢反应单元的侧部入口相连,在加压苯蒸馏塔的顶部和减压苯蒸馏塔的顶部分别设有气相出口,在减压苯蒸馏塔的中部还设有纯水加入口;

[0037] 在第一加氢反应单元的上部设有氢气和催化剂入口,第一加氢反应单元的底部出口通过管道与蒸馏单元的中部物料入口相连;

[0038] 在蒸馏单元的底部设有重相出口,在蒸馏单元的顶部设有水和轻相杂质出口,蒸馏单元的粗己内酰胺出口通过管道与结晶单元相连。

[0039] 在第二除杂系统中,水反萃取单元的中部进口与苯萃取单元的己内酰胺的苯溶液排出口相连,在水反萃取单元的顶部设有纯水加入口,中上侧部设有粗苯出口,底部设有己内酰胺水溶液出口,己内酰胺水溶液出口通过管道与离子交换单元的物料入口相连;

[0040] 离子交换单元的物料出口通过管道与第二加氢反应单元的物料入口相连,在第二加氢反应单元的顶部设有氢气和催化剂入口,第二加氢反应单元的底部出口通过管道与三效蒸发单元的物料入口相连;在三效蒸发单元的顶部设有水和轻相杂质出口,三效蒸发单元的粗己内酰胺出口通过管道与结晶单元相连;

[0041] 水反萃取单元的己内酰胺水溶液出口还通过管道与三效蒸发单元的物料入口相连;离子交换单元的物料出口还通过管道与三效蒸发单元的物料入口相连。

[0042] 结晶单元的粗己内酰胺入口通过管道分别与第一除杂系统和第二除杂系统相连,在结晶单元上设有纯水入口,结晶单元的己内酰胺晶体物料出口与离心分离单元的物料入口相连。

[0043] 离心分离单元的物料入口与结晶单元的己内酰胺晶体物料出口相连,离心分离单元的母液出口分出两条管道,一条管道与结晶单元的粗己内酰胺入口相连,另一条管道与苯萃取单元的酰胺油加入口相连。

[0044] 本发明的有益效果在于:

[0045] 1、与现有的萃取罐、离子交换柱、加氢塔、精馏塔集成装置相比,本发明采用第一除杂系统和第二除杂系统相结合,能耗低,废水排放量小,运行成本低,对环境友好。

[0046] 2、本发明得到的是固态己内酰胺产品,产品质量优异且稳定,可长期储存,运输过程安全性高,同时还可提高下游产品的生产工艺的稳定性。

[0047] 3、采用发明,可生产出符合GB/T13254-2017中的各类标准要求的己内酰胺固态产品,满足市场上对高端、中端、低端等各类产品的需求,增加生产的灵活性,有利于对市场的把控,提高企业的市场竞争力。

附图说明

[0048] 图1 为本发明的工艺流程示意图。

[0049] 图2为本发明的系统结构示意图。

[0050] 图中:1、苯萃取单元,2、苯蒸馏单元,2-1、加压苯蒸馏塔,2-2、减压苯蒸馏塔,3、第一加氢反应单元,4、蒸馏单元,5、结晶单元,6、离心分离单元,7、三效蒸发单元,8、离子交换单元,9、第二加氢反应单元,10、水反萃取单元;

[0051] A、酰胺油,B、苯,C、粗苯,D、氢气,E、催化剂,F、水和轻相杂质,G、纯水,H、己内酰胺晶体,I、重相杂质,J、硫酸铵溶液。

具体实施方式

[0052] 下面结合实施例对本发明做进一步的阐述,在下述实施例中未详细描述的过程和方法是本领域公知的常规方法,实施例中所用原料或试剂除另有说明外均为市售品,可通过商业渠道购得。

[0053] 实施例1:己内酰胺的精制系统

[0054] 如图2所示,本发明包括苯萃取单元1、第一除杂系统、第二除杂系统、结晶单元5和离心分离单元6,第一除杂系统包括依次相连的苯蒸馏单元2、第一加氢反应单元3和蒸馏单元4,第二除杂系统包括依次相连的水反萃取单元10、离子交换单元8、第二加氢反应单元9和三效蒸发单元7。

[0055] 苯萃取单元1设有酰胺油加入口、苯加入口、硫酸铵溶液排出口和己内酰胺的苯溶液排出口,其作用是将来自重排系统的酰胺油在萃取剂苯的作用下将己内酰胺萃取至苯中得到己内酰胺的苯溶液,并去除硫酸铵溶液,硫酸铵溶液返回原生产工艺中;己内酰胺的苯溶液排出后一部分送至第一除杂系统,另一部分送至第二除杂系统。

[0056] 第一除杂系统中:

[0057] 苯蒸馏单元2的作用是去除己内酰胺的苯溶液中的苯;苯蒸馏单元2由两个苯蒸馏塔组成,苯蒸馏塔中部设有进口、下部设有出口,顶部设有气相出口;第一个苯蒸馏塔为加压苯蒸馏塔2-1,操作压力为0.1~0.3MPa,塔的中部进口与苯萃取单元1的己内酰胺的苯溶液排出口通过管道相连,一部分己内酰胺的苯溶液经加压苯蒸馏塔脱苯后,从底部出口排出送至第二个苯蒸馏塔,第二个苯蒸馏塔为减压苯蒸馏塔2-2,操作压力为-0.8~0.1MPa,在减压苯蒸馏塔的塔中部还设有纯水加入口,在该塔内将苯完全脱除,从两个苯蒸馏塔顶部排出的粗苯经精制后回用,减压苯蒸馏塔底部排出的溶液送入第一加氢反应单元3;加压苯蒸馏塔的苯蒸汽可用来加热进入减压苯蒸馏塔的物料;

[0058] 第一加氢反应单元3上部设有氢气和催化剂入口,侧部设有物料入口,下部设有出口,其中侧部物料入口与减压苯蒸馏塔的底部出口通过管道相连;在第一加氢反应单元3中,脱苯后的己内酰胺溶液中的不饱和杂质经过加氢后变成稳定的饱和杂质,第一加氢反应单元3内的溶液完成加氢反应后从底部排出送至蒸馏单元4;

[0059] 蒸馏单元4的作用是去除己内酰胺溶液中水和轻相杂质、重相杂质,在其中部设有物料入口,底部设有重相出口,顶部设有水和轻相杂质出口,中上部设有气相粗己内酰胺出口,其中物料入口通过管道与第一加氢反应单元3的下部出口相连接;顶部排出的水和轻相杂质送至环保处理单元,底部排出的重相杂质做焚烧处理,中上部排出粗己内酰胺。

[0060] 第二除杂系统中:

[0061] 水反萃取单元10的顶部设有纯水加入口,中部设有己内酰胺的苯溶液入口,通过管道与苯萃取单元1的己内酰胺的苯溶液排出口相连接,中上侧部设有粗苯出口,底部设有

己内酰胺水溶液出口,其作用是将另一部分己内酰胺的苯溶液中的己内酰胺反萃取至水溶液中,得到己内酰胺的水溶液,以去除酰胺油中溶于苯的杂质,完成水反萃取后己内酰胺的水溶液从底部出口排出至离子交换单元8;

[0062] 离子交换单元8上设有己内酰胺水溶液入口、物料出口,己内酰胺水溶液入口通过管道与水反萃取单元10的己内酰胺水溶液出口相连接,其作用是去除己内酰胺的水溶液中的离子杂质,完成离子交换后将溶液送至第二加氢反应单元9;

[0063] 第二加氢反应单元9与前述第一除杂系统中的第一加氢反应单元的结构和作用相同,去除离子杂质后的己内酰胺水溶液完成加氢后排出至三效蒸发单元7;

[0064] 三效蒸发单元7的中部设有物料入口,顶部设有水和轻相杂质出口,底部设有粗己内酰胺出口,三效蒸发单元7的物料入口通过管道与第二加氢反应单元9的底部出口相连接,顶部排出的水和轻相杂质送入环保处理单元,底部排出的粗己内酰胺与第一除杂系统中的蒸馏单元4排出的粗己内酰胺混合后送入结晶单元5。

[0065] 结晶单元5设有粗己内酰胺入口、纯水入口、己内酰胺晶体溶液出口,粗己内酰胺入口与第一除杂系统和第二除杂系统相连接,完成结晶后己内酰胺晶体溶液排出至离心分离单元6。

[0066] 离心分离单元6设有己内酰胺晶体溶液入口、己内酰胺晶体出口、离心母液出口,己内酰胺晶体溶液入口通过管道与结晶单元5的己内酰胺晶体溶液出口相连接,完成离心分离后,排出的己内酰胺晶体经干燥后得到己内酰胺固态产品,或者直接送入后续聚合系统制作尼龙切片。当离心母液中杂质含量较少时,直接返回至结晶单元5;当离心母液中杂质含量较高时,一部分返回至酰胺油中。

[0067] 本精制系统的工作过程为:

[0068] 将来自重排系统的酰胺油A加入苯萃取单元1内,并加入萃取剂苯B,在萃取剂苯B的作用下,酰胺油A中的己内酰胺被萃取至苯中,静置,上部得到己内酰胺的苯溶液,下部得到硫酸铵溶液,从底部排出硫酸铵溶液返回至原生产工艺中,从上侧部排出一部分己内酰胺的苯溶液至第一除杂系统的苯蒸馏单元2;排出另一部分己内酰胺的苯溶液至第二除杂系统的水反萃取单元10。

[0069] 在第一除杂系统内:

[0070] 在苯蒸馏单元2内,脱除苯得到粗苯C,粗苯C从苯蒸馏单元顶部排出,经后续处理后返回至苯萃取单元循环使用;脱除苯的溶液从底部排出至第一加氢反应单元3;

[0071] 在第一加氢反应单元3内加入氢气D和催化剂E,完成加氢反应,以将脱苯后的己内酰胺溶液中的不饱和杂质变成性质稳定的饱和杂质,完成加氢反应后送至蒸馏单元4;

[0072] 在蒸馏单元4内,控制一定的温度、压力,从顶部排出的水和轻相杂质F送至环保处理单元,从上侧部排出的粗己内酰胺至结晶单元5,底部排出的重相杂质I进行焚烧处理。

[0073] 在第二除杂系统内:

[0074] 在水反萃取单元10内加入纯水G,己内酰胺被反萃取至水中,静置分层,中上侧部得到粗苯C,经后续处理后返回至苯萃取单元1,下部得到己内酰胺的水溶液,从底部排出至离子交换单元8;

[0075] 在离子交换单元8,将己内酰胺水溶液中的离子杂质吸附脱除,之后,将溶液送至第二加氢反应单元9;

[0076] 在第二加氢反应单元9内,加入氢气D和催化剂E,将溶液中的性质不稳定的不饱和物质转化为性质稳定的饱和物质,完成加氢反应后,将加氢反应液送至三效蒸发单元7;

[0077] 在三效蒸发单元7内,控制一定的温度和压力,脱除水和轻相杂质F,得到粗己内酰胺。

[0078] 将第一除杂系统的蒸馏单元4得到的粗己内酰胺和第二除杂系统的三效蒸发单元7得到粗己内酰胺混匀后送入结晶单元5。

[0079] 在结晶单元5内加入纯水,进行降温结晶,控制一定的结晶参数,得到己内酰胺晶体溶液,之后,送入离心分离单元6。

[0080] 在离心分离单元6中,进行离心分离,得到离心母液和己内酰胺晶体,己内酰胺晶体经干燥后得到高端的己内酰胺固态产品,其产品品质远高于国标中优等品的标准,满足高端市场的需求。

[0081] 实施例2:高端己内酰胺产品的精制方法

[0082] 利用实施例1中的精制系统生产高端的己内酰胺固态产品,包括以下步骤:

[0083] (1) 苯萃取

[0084] 向己内酰胺生产过程中经贝克曼重排后得到的酰胺油中加入苯,经混匀,静置分层后,上部得到油相为己内酰胺的苯溶液,下部得到水相,返回至原生产工艺中;

[0085] (2) 第一除杂工序

[0086] 2.1) 苯蒸馏

[0087] 将步骤(1)得到的一部分己内酰胺的苯溶液进行双塔精馏,塔顶得到粗苯,塔底得到己内酰胺溶液,采用双塔精馏,确保苯被全部蒸出;

[0088] 2.2) 加氢反应

[0089] 将步骤(2.1)中得到的己内酰胺溶液进行加氢反应得到加氢反应液,将己内酰胺溶液中的不饱和杂质转化为饱和杂质,避免在后续高温蒸馏时对产品品质造成影响;

[0090] 2.3) 蒸馏

[0091] 将步骤(2.2)得到的加氢反应液进行蒸馏,塔顶得到水和轻相杂质,塔底得到重相杂质,中上部得到粗己内酰胺;水和轻相杂质送去环保处理单元,重相杂质进行焚烧处理;

[0092] (3) 第二除杂工序

[0093] 3.1) 水反萃取

[0094] 向步骤(1)得到的另一部分己内酰胺的苯溶液中加入纯水进行水反萃取,经混匀,静置分层后,上部得到粗苯,下部得到己内酰胺的水溶液;

[0095] 3.2) 离子交换

[0096] 将步骤(3.1)中得到己内酰胺的水溶液进行离子交换处理,去除溶液中的离子杂质;

[0097] 3.3) 加氢反应

[0098] 将步骤(3.2)中得到的去除离子杂质的己内酰胺水溶液进行加氢反应,得到反应液;

[0099] 3.4) 三效蒸发

[0100] 将步骤(3.3)中得到的反应液进行蒸发脱除水和轻相杂质,得到粗己内酰胺;水和轻相杂质送去环保处理单元;

[0101] (4)降温结晶、离心分离

[0102] 向步骤(2.3)和步骤(3.4)中得到的粗己内酰胺中加入纯水,进行降温结晶,控制一定的结晶参数,得到己内酰胺的结晶溶液,后进行离心分离,得到己内酰胺晶体和离心母液,己内酰胺晶体经后续干燥处理后得到己内酰胺固态产品;

[0103] 其中,当检测到离心母液中杂质含量低于1%时,将离心母液返回至粗己内酰胺中,当其杂质含量不低于1%,将离心母液送至酰胺油套用;

[0104] 所述步骤(2.1)和步骤(3.1)中得到的粗苯进行处理后得到苯回用到苯萃取过程中;

[0105] 实施例3:生产中端的己内酰胺固态产品

[0106] 本实施例与实施例2的不同之处在于,在第二除杂系统中可去除步骤(3.3),即完成离子交换后直接进行三效蒸发,生产出的己内酰胺产品,可满足市场上中端产品的需求。

[0107] 实施例4:生产低端的己内酰胺固态产品

[0108] 本实施例与实施例1的不同之处在于,在第一除杂系统中的步骤(2.3)蒸馏过程中,仅蒸出水和轻相杂质;在第二除杂系统中,完成水反萃取后,将溶液直接进行三效蒸发,去掉步骤(3.2)离子交换和步骤(3.3)加氢反应,生产出的己内酰胺产品可满足市场上大众产品的需求。

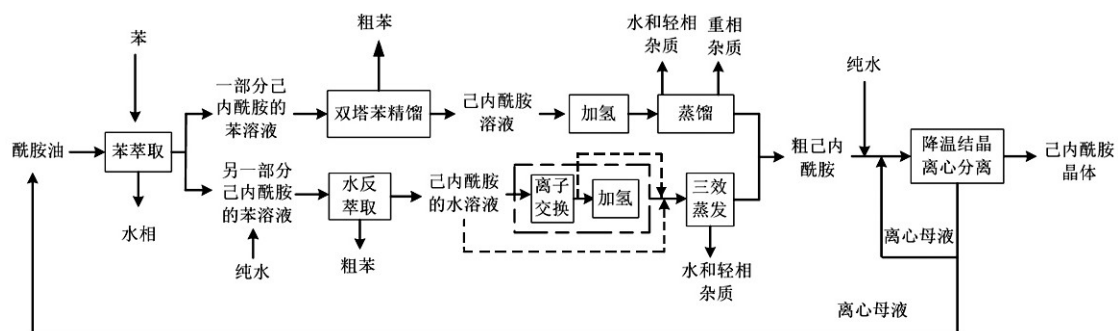


图1

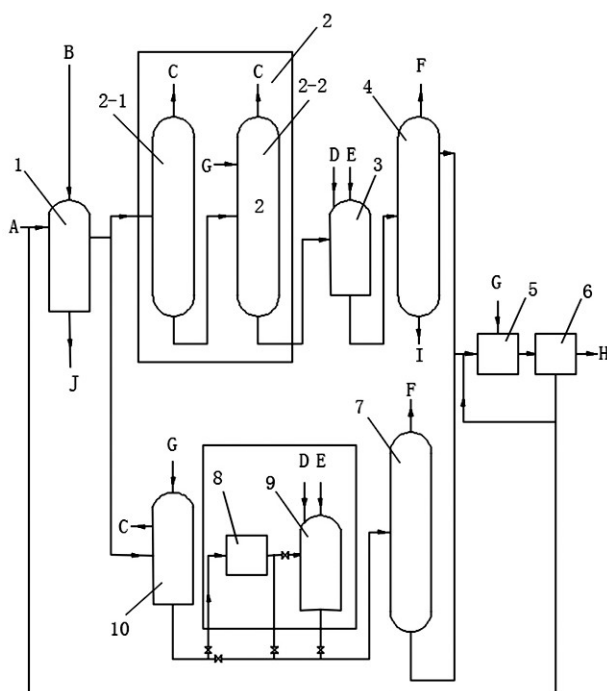


图2