



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104387258 A

(43) 申请公布日 2015. 03. 04

(21) 申请号 201410624806. 8

B01J 19/18(2006. 01)

(22) 申请日 2014. 11. 07

(71) 申请人 中国天辰工程有限公司

地址 300400 天津市北辰区京津路 1 号

申请人 天津天辰绿色能源工程技术研
有限公司

(72) 发明人 孙顺平 赵兵 张猛 张进治
陈涛 姜正良 董庆涛 董强
李超 张树晨 侯振 耿尧辰

(74) 专利代理机构 天津滨海科纬知识产权代理
有限公司 12211

代理人 韩敏

(51) Int. Cl.

C07C 53/16(2006. 01)

C07C 51/363(2006. 01)

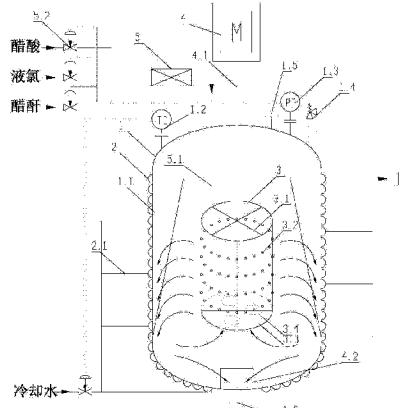
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

一种氯乙酸生产方法及氯化反应器

(57) 摘要

本发明提供一种氯乙酸生产方法及氯化反应器。醋酸、液氯、醋酐按比例经初步混合后进入氯化反应器，维持一定的反应温度和反应压力，使氯化反应在 100 ~ 1000g 的重力场中完成，反应完后按连续法生产流程进行产品的分离提纯，最终获得产品。氯化反应器主要包括反应釜、冷却半管，超重力桶、驱动电机、混合器等。本发明的氯乙酸生产方法和氯化反应器，能改善反应体系中组分的宏观及微观分布，降低副反应的发生，提高液相内部传质速率、促进反应后气液两相的分离，从而加快氯化反应速率缩短反应停留时间，同时提升散热效果，处理能力远远高于传统方法，尤其适用于大型氯乙酸装置。



1. 一种氯乙酸生产方法,其特征在于:在氯化反应器中加入醋酸,加入相当于醋酸质量4~9%的醋酐,加入液氯质量为醋酸质量的1.3~1.8倍,维持反应温度为150~250℃,反应压力为3~10bar,氯化反应过程在重力场中完成。
2. 据权利要求1所述的氯乙酸生产方法,其特征在于:所述重力场为100~1000g。
3. 据权利要求1所述的氯乙酸生产方法,其特征在于:原料经初步混合进入重力场。
4. 一种氯化反应器,其特征在于:所述氯化反应器包括反应釜、超重力桶、驱动电机;反应釜内壁设有挡板,釜顶设有温度指示、压力指示、安全阀,顶部设气相出口,底部设液相出口;超重力桶上部敞开,由两根固定杆与转轴相连;侧壁均匀开出液孔;底部由底板与转轴固定,并均布回流孔;转轴上端与驱动电机相连,下端与支撑座相连。
5. 据权利要求4所述的氯化反应器,其特征在于:所述挡板为上宽下细倒三角型挡板,其数量为4~8个。
6. 据权利要求4所述的氯化反应器,其特征在于:反应釜外部还设有冷却半管,其紧密缠绕焊接在反应釜外壁。
7. 据权利要求4所述的氯化反应器,其特征在于:反应釜外部还设有多分支管,冷却水由多分支管进入、流出冷却半管。
8. 据权利要求4所述的氯化反应器,其特征在于:氯化反应器容积为1~10m³,超重力桶容积为0.2~1.5m³。
9. 据权利要求4所述的氯化反应器,其特征在于:反应釜材质为搪瓷。
10. 据权利要求4所述的氯化反应器,其特征在于:超重力桶材质为搪瓷。

一种氯乙酸生产方法及氯化反应器

技术领域

[0001] 本发明属于氯乙酸生产技术领域，具体涉及一种在超重力作用下生产氯乙酸的方法及氯化反应器。

背景技术

[0002] 氯乙酸是一种重要的有机化工原料，主要用来生产羧甲基纤维素、甘氨酸、氯乙酸乙酯等。作为活性化合物，广泛应用于除莠剂、医药、染料、油田化学品、造纸化学品、塑料稳定剂、纺织助剂、表面活性剂、电镀、香料、香精等领域。

[0003] 目前工业化生产氯乙酸的主要方法是乙酸催化氯化法，根据工艺的不同又可分为连续法和间歇法。连续法与间歇氯化相比，具有装置规模大、生产技术先进、产品质量高、污染少等优点，连续法取代淘汰间歇法是当前的发展趋势。

[0004] 连续法是以乙酸、液氯为原料，醋酐为催化剂，经乙酸氯化、加氢除杂、精馏提纯、结晶干燥等过程得到氯乙酸。乙酸、醋酐、氯气按一定的配比在氯化反应器于 90 ~ 140℃进行反应，反应物在冷凝器内水冷，氯乙酸、二氯乙酸、三氯乙酸、乙酸及醋酐在此冷凝。不凝物在次级冷凝器内低温冷凝，冷凝物主要为乙酰氯，可以返回反应器循环利用，气相是氯化氢，进一步净化后加工为浓盐酸。氯化粗液蒸发器内加工后，蒸出粗馏液，主要组成为深度氯化产物二氯乙酸和三氯乙酸，将粗馏液打入脱氯装置，在催化剂钯的催化下催化加氢，使二氯乙酸和三氯乙酸脱氯转化为氯乙酸。脱氯后，混合液进入精馏塔，在真空蒸馏塔底得到纯净的氯乙酸，塔顶馏出乙酸可以循环使用。

[0005] 随着连续法的推广，单套装置产能不断扩大，氯化反应作为整个工艺的核心成为制约因素。如果保持原氯化方法不变，将氯化反应器进行放大，存在几点问题：一方面反应器增大，液氯、醋酐在醋酸中的分布不均加剧，降低了反应速率，增大了副反应；另一方面反应器增大，反应热量增加，传统夹套反应器不能将反应产生的热量及时有效的传递出去；此外，随反应器几何尺寸的增大，设备制造强度要求提高。

发明内容

[0006] 为克服现有技术的不足，本发明提供一种氯乙酸生产方法，使醋酸氯化反应迅速，降低反应停留时间，减少副产物生成；同时提供一种能实现这种方法的氯化反应器。

[0007] 本发明所提出的氯乙酸生产方法为：在氯化反应器中加入醋酸，加入相当于醋酸质量 4 ~ 9% 的醋酐，加入液氯质量为醋酸质量的 1.3 ~ 1.8 倍，维持反应温度为 150 ~ 250℃，反应压力为 3 ~ 10bar，氯化反应过程在重力场中完成，重力场优选为 100 ~ 1000g。反应完后按连续法生产流程进行产品的分离提纯，最终获得产品。

[0008] 为实现该氯乙酸生产方法，本发明的氯化反应器包括：反应釜、超重力桶、驱动电机等；反应釜内壁设有挡板，釜顶设有温度指示、压力指示，同时设安全阀以防止反应釜超压，顶部设气相出口，底部设液相出口；超重力桶上部敞开，由两根固定杆与转轴相连；侧壁均匀开出液孔；底部由底板与转轴固定，并均布回流孔；转轴上端与驱动电机相连，下端

与支撑座相连。反应原料由控制阀进混合器，初步混合后由进料总管进入超重力桶。

[0009] 进一步的，所述挡板为上宽下细倒三角型挡板，其数量为4～8个；

[0010] 进一步的，反应釜外部还设有冷却半管，其紧密缠绕焊接在反应釜外壁；

[0011] 进一步的，反应釜外部还设有多分支管，冷却水由多分支管进入、流出冷却半管，提高流速及湍动程度增强冷却效果；

[0012] 进一步的，驱动电机为变频驱动；

[0013] 进一步的，氯化反应器容积为1～10m³，超重力桶容积为0.2～1.5m³；

[0014] 进一步的，反应釜材质为搪瓷；

[0015] 进一步的，超重力桶材质为搪瓷。

[0016] 醋酸、液氯和醋酐经控制阀控制流量按比例进入混合器，在混合器内初步混合后由进料总管进入氯化反应釜内。氯化反应总管插入反应釜内悬于超重力桶上方，靠近但不接触超重力桶。超重力桶由电机驱动旋转形成超重力场，落入其中的料液经旋转加速充分混合从侧壁出液孔甩出，之后料液向下运动部分通过反应釜底部液相出口出反应器，部分由超重力桶底部回流孔返回桶内再一次经超重力作用，经多次超重力作用，使微观传质作用大大增强。反应釜内部设倒三角形挡板，上部较宽可以有效的防止釜内液体打旋，下部较细有利于液体稳定向超重力桶内的回流。驱动电机通过变频调节可以方便的调节超重力场，从而使氯化反应器有很大的操作弹性。反应釜外部设冷却半管，且从多分支管进冷却水，提高冷却效果。

[0017] 本发明的优点和积极作用在于：

[0018] 提高了氯化反应的压力和温度，使氯化反应在100～1000g的超重力场中完成，能改善反应体系中组分的宏观及微观分布，降低副反应的发生，使醋酐消耗量降低约20%。提高液相内部传质速率、促进反应后气液两相的分离，从而加快氯化反应速率缩短反应停留时间，反应器单位体积处理能力为现有反应器的3～5倍。配合变频驱动电机改变超重力场，从而使反应器具有很大的操作弹性约为30%～150%。

[0019] 物料经多次快速充分混合，进混合器为初步混合，进超重力经旋转甩出为第二次混合，液相经底部回流至超重力桶内再次混合。超重力桶在促进液相组分混合的同时促进气液两相的分离，降低气象对液相的夹带，其结构简单便于制造。

[0020] 通过设置冷却半管，增大了冷却介质的流速，强化了传热效果，有利于将反应产生的热量带走，避免了局部温度过高从而使反应顺利进行，同时半管在反应器外的紧密排列能起到支撑作用，增强了反应器的强度。

附图说明

[0021] 图1为本发明氯化反应器的结构示意图；

[0022] 图中：

[0023] 1、反应釜 1.1、挡板 1.2、温度指示 1.3、压力指示 1.4、安全阀 1.5、气相出口 1.6、液相出口 2、冷却半管 2.1 分支管 3 超重力桶 3.1 固定杆 3.2、出液孔 3.3、底板 3.4、回流孔 4、驱动电机 4.1、转轴 4.2 支撑座 5、混合器 5.1、进料总管 5.2、控制阀

具体实施方式

[0024] 下面结合具体实施例对本发明作进一步的说明,但不限定本发明的保护范围。

[0025] 如图 1 所示的氯化反应器包括:反应釜、冷却半管,超重力桶、驱动电机、混合器等。反应釜 1 内壁设有上宽下细三角型挡板 1.1,釜顶设有温度指示 1.2、压力指示 1.3,同时设安全阀 1.4 以防止反应釜超压,顶部设气相出口 1.5,底部设液相出口 1.6。冷却半管 2 紧密缠绕焊接在反应釜外壁,冷却水由多分支管 2.1 进入、流出冷却半管,提高流速及湍动程度增强冷却效果。超重力桶 3 上部敞开,由两根固定杆 3.1 与转轴 4.1 相连;侧壁均匀开出液孔 3.2;底部由底板 3.3 与转轴固定,并均布回流孔 3.4。转轴 4.1 上端与驱动电机 4 相连,下端与支撑座 4.2 相连。反应原料由控制阀 5.2 进混合器 5,初步混合后由进料总管 5.1 进入超重力桶。

[0026] 实施例 1

[0027] 一种氯乙酸生产方法和反应器。

[0028] 氯化反应器容积为 1m³,内壁设 4 个倒三角形挡板,超重力桶容积为 0.2m³,氯化反应器中加入醋酸,加入相当于醋酸质量 5% 的醋酐,加入液氯质量为醋酸质量的 1.4 倍,维持反应温度为 180℃,反应压力为 6bar,氯化反应过程在 500g 重力场中完成,反应完后按连续法生产流程进行产品的分离提纯,获得 99.3% 的氯乙酸产品,反应器单位体积处理能力为现有反应器的 3.2 倍。

[0029] 实施例 2

[0030] 一种氯乙酸生产方法和反应器。

[0031] 氯化反应器容积为 1m³,内壁设 6 个倒三角形挡板,超重力桶容积为 0.3m³,氯化反应器中加入醋酸,加入相当于醋酸质量 6.5% 的醋酐,加入液氯质量为醋酸质量的 1.3 倍,维持反应温度为 200℃,反应压力为 8bar,氯化反应过程在 800g 重力场中完成,反应完后按连续法生产流程进行产品的分离提纯,获得 99.4% 的氯乙酸产品,反应器单位体积处理能力为现有反应器的 4.5 倍。

[0032] 实施例 3

[0033] 一种氯乙酸生产方法和反应器。

[0034] 氯化反应器容积为 2m³,内壁设 8 个倒三角形挡板,超重力桶容积为 0.3m³,氯化反应器中加入醋酸,加入相当于醋酸质量 6% 的醋酐,加入液氯质量为醋酸质量的 1.8 倍,维持反应温度为 230℃,反应压力为 5bar,氯化反应过程在 700g 重力场中完成,反应完后按连续法生产流程进行产品的分离提纯,获得 99.0% 的氯乙酸产品,反应器单位体积处理能力为现有反应器的 4.7 倍。

[0035] 尽管上面结合附图和优选实施例对本发明进行了描述,但本发明并不局限于上述的具体实施方式,相关的技术人员在本发明的启示下,在不脱离本发明的权利要求保护范围的情况下,可以做出多种具体变换,均属本发明的保护范围。

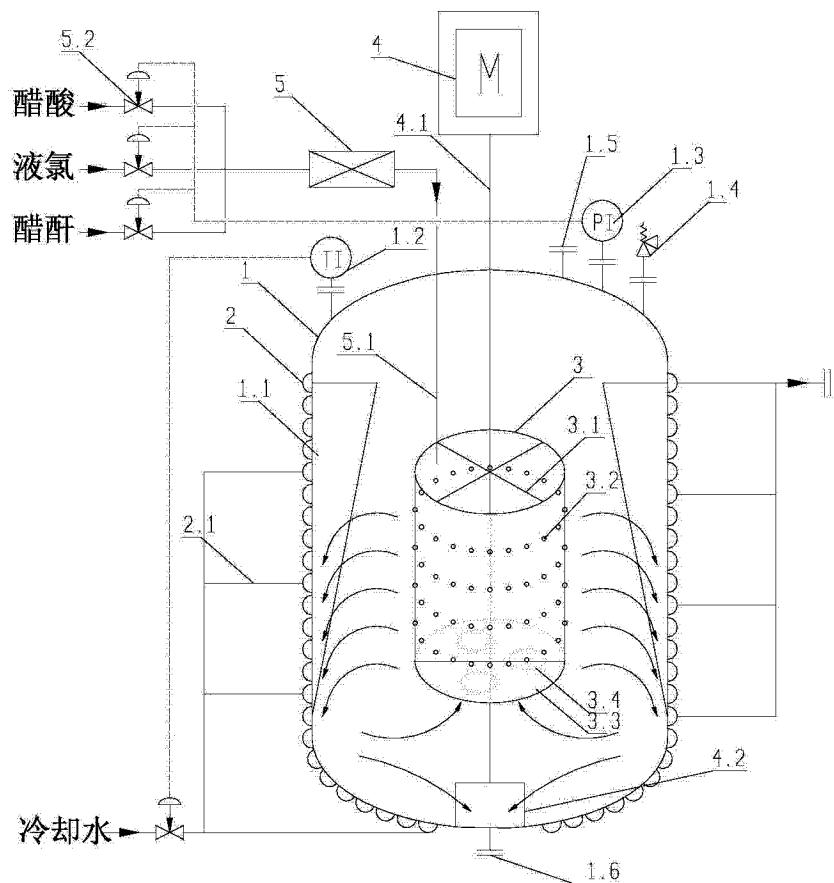


图 1