



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104086355 A

(43) 申请公布日 2014. 10. 08

(21) 申请号 201410333654. 6

(22) 申请日 2014. 07. 14

(71) 申请人 河北工业大学

地址 300070 天津市红桥区光荣道 8 号

(72) 发明人 李春利 王洪海 耿海腾 余迎新

王荣良

(74) 专利代理机构 北京品源专利代理有限公司

11332

代理人 巩克栋 杨晞

(51) Int. Cl.

C07C 17/38(2006. 01)

C07C 17/383(2006. 01)

C07C 19/03(2006. 01)

C07C 209/86(2006. 01)

C07C 211/05(2006. 01)

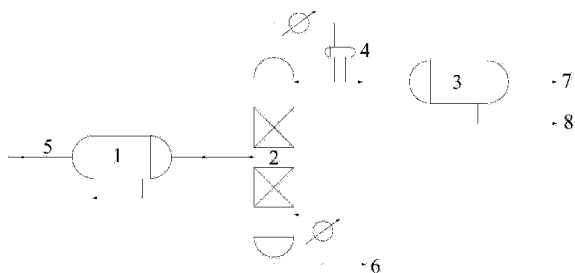
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种分离二氯甲烷、三乙胺和水的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种使用精馏塔来分离二氯甲烷、三乙胺和水的方法。包括以下步骤有：将含有二氯甲烷、三乙胺和水的原料液首先送入第一分相罐；将从第一分相罐上层料液分离出的物流送入精馏塔，进行常压精馏操作，其塔顶温度维持在 37-38℃，塔釜温度维持在 88-89℃，塔釜采出三乙胺；将精馏塔塔顶采出液送入第二分相罐，从第二分相罐上层料液中分离出的物流中，得到二氯甲烷；从第二分相罐下层料液分离出的物流中，得到水。本发明方法可以有效分离二氯甲烷，三乙胺和水的混合物，得到 99.6% 的二氯甲烷和 99.9% 的三乙胺。



1. 一种分离二氯甲烷、三乙胺和水的方法,其特征在于,所述方法包括以下步骤:
 - 1) 将含有二氯甲烷、三乙胺和水的原料液 (5) 首先送入第一分相罐 (1);
 - 2) 将从第一分相罐 (1) 上层料液中分离出的物流送入精馏塔 (2),进行常压精馏操作,其塔顶温度维持在 37-38℃,塔釜温度维持在 88-89℃,塔釜采出三乙胺 (6);
 - 3) 将精馏塔 (2) 塔顶采出液送入第二分相罐 (3),从第二分相罐 (3) 上层料液分离出的物流中,得到二氯甲烷 (7);从第二分相罐 (3) 下层料液分离出的物流中,得到水 (8)。
2. 如权利要求 1 所述的方法,其特征在于,步骤 1) 所述原料液 (5) 按质量分数含有二氯甲烷 65%,三乙胺 30%和水 5%。
3. 如权利要求 1 或 2 所述的方法,其特征在于,步骤 1) 所述原料液 (5) 的温度为 20-25℃;优选地,在常压下将所述原料液 (5) 送入第一分相罐 (1)。
4. 如权利要求 1-3 之一所述的方法,其特征在于,所述第一分相罐 (1) 的温度为 10-35℃,压力为 101.325kPa。
5. 如权利要求 1-4 之一所述的方法,其特征在于,步骤 2) 所述精馏塔 (2) 的塔板数为 24 块,从精馏塔 (2) 的第 12 块塔板进料。
6. 如权利要求 1-5 之一所述的方法,其特征在于,步骤 2) 先进行全回流操作稳定到精馏塔 (2) 塔顶温度 37-38℃,塔釜温度 88-89℃时开始采出。
7. 如权利要求 1-6 之一所述的方法,其特征在于,所述精馏塔 (2) 顶部设有全凝器 (4)。
8. 如权利要求 1-7 之一所述的方法,其特征在于,所述精馏塔 (2) 的回流比为 0.3-1.0。
9. 如权利要求 1-8 之一所述的方法,其特征在于,步骤 3) 所述第二分相罐 (3) 的温度为 10-35℃,压力为 101.325kPa。
10. 如权利要求 1-9 之一所述的方法,其特征在于,所述方法包括以下步骤:
 - 1) 将含有二氯甲烷、三乙胺和水的原料液 (5) 首先在常压下送入第一分相罐 (1);所述原料液 (1) 按质量分数含有二氯甲烷 65%,三乙胺 30%和水 5%,其温度为 20-25℃;所述第一分相罐 (1) 的温度为 10-35℃,压力为 101.325kPa;
 - 2) 将从第一分相罐 (1) 上层料液中分离出的物流从精馏塔的第 12 块塔板送入精馏塔 (2),进行常压精馏操作,精馏塔 (2) 的塔板数为 24 块;所述精馏塔 (2) 顶部设有全凝器 (4),进行全回流操作稳定到塔顶温度 37-38℃,塔釜温度 88-89℃时开始采出,回流比为 0.3-1.0;塔釜采出三乙胺 (6);
 - 3) 将精馏塔 (2) 塔顶采出液送入第二分相罐 (3),所述第二分相罐 (3) 的温度为 10-35℃,压力为 101.325kPa;从第二分相罐 (3) 上层料液分离出的物流中,得到二氯甲烷 (7);从第二分相罐 (3) 下层料液分离出的物流中,得到水 (8)。

一种分离二氯甲烷、三乙胺和水的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种使用精馏塔来分离二氯甲烷、三乙胺和水的方法。

背景技术

[0002] 精馏是一种利用回流使液体混合物得到高纯度分离的蒸馏方法,是工业上应用最广的液体混合物分离操作,广泛用于石油、化工、轻工、食品、冶金、制药等领域。

[0003] 二氯甲烷为无色液体,具有溶解能力强和毒性低的优点。二氯甲烷在中国主要用于胶片生产和医药领域。在制药工业中多用做反应介质,还可用作胶片生产中的溶剂等。三乙胺易燃,易爆,有毒,具有强烈刺激性。工业上主要用作溶剂、固化剂、催化剂等。制药行业中的溶媒废液中往往含有二氯甲烷、三乙胺和水等。将废液中的二氯甲烷和三乙胺回收再利用,不仅可以降低成本,还可以减少工厂对于废液中有害物质的处理和排放,大大降低了环境污染。目前,关于二氯甲烷、三乙胺和水三种混合物的分离方法未见报道。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种使用精馏塔来分离二氯甲烷、三乙胺和水的方法。该方法可以有效地分离二氯甲烷、三乙胺和水的混合物,分离出的二氯甲烷和三乙胺的纯度较高,得到 99.6% (质量分数,下同) 的二氯甲烷和 99.9% 的三乙胺。

[0005] 为达此目的,本发明采用以下技术方案:

[0006] 一种分离二氯甲烷、三乙胺和水的方法,所述方法包括以下步骤:

[0007] 1) 将含有二氯甲烷、三乙胺和水的原料液首先送入第一分相罐;

[0008] 2) 将从第一分相罐上层料液中分离出的物流送入精馏塔,进行常压精馏操作,其塔顶温度维持在 37-38℃,塔釜温度维持在 88-89℃,塔釜采出三乙胺;

[0009] 3) 将精馏塔塔顶采出液送入第二分相罐,从第二分相罐上层料液分离出的物流中,得到二氯甲烷;从第二分相罐下层料液分离出的物流中,得到水。

[0010] 步骤 1) 所述原料液按质量分数含有二氯甲烷 65%,三乙胺 30%和水 5%。

[0011] 步骤 1) 所述原料液的温度为 20-25℃。所述温度可选择 20.02℃,20.1℃,20.3℃,20.8℃,21.4℃,22℃,22.8℃,23.4℃,24℃,24.7℃等。优选地,在常压下将所述原料液送入第一分相罐。

[0012] 所述第一分相罐的温度为 10-35℃,压力为 101.325kPa。所述温度可选择 10.02℃,10.3℃,12℃,16.5℃,22℃,30℃,32.7℃,34.8℃等,优选为 20℃。

[0013] 步骤 2) 所述的精馏塔的塔板数为 24 块,从精馏塔的第 12 块塔板进料。

[0014] 步骤 2) 先进行全回流操作稳定到精馏塔塔顶温度 37-38℃,塔釜温度 88-89℃左右时开始采出。所述塔顶温度可选择 37.03℃,,37.14℃,37.42℃,37℃等;所述塔顶温度可选择 88.02℃,88.12℃,88.4℃,88.9℃等。

[0015] 所述精馏塔顶部设有全凝器。

[0016] 所述精馏塔的回流比为 0.3-1.0。所述回流比可选择 0.31,0.42,0.5,0.58,0.7,

0.85, 0.92, 0.99 等, 优选 0.4。

[0017] 所述第二分相罐的温度为 10-35℃, 压力为 101.325kPa。所述温度可选择 10.02℃, 10.3℃, 12℃, 16.5℃, 22℃, 30℃, 32.7℃, 34.8℃等, 优选为 20℃。

[0018] 一种分离二氯甲烷、三乙烷和水的方法, 所述方法经工艺条件优化后包括以下步骤:

[0019] 1) 将含有二氯甲烷、三乙胺和水的原料液首先在常压下送入第一分相罐; 所述原料液按质量分数含有二氯甲烷 65%, 三乙胺 30% 和水 5%, 其温度为 20-25℃; 所述第一分相罐的温度为 10-35℃, 压力为 101.325kPa;

[0020] 2) 将从第一分相罐上层料液分离出的物流从精馏塔的第 12 块塔板送入精馏塔, 进行常压精馏操作, 精馏塔的塔板数为 24 块; 所述精馏塔顶部设有全凝器, 进行全回流操作稳定到塔顶温度 37-38℃, 塔釜温度 88-89℃ 左右时开始采出, 回流比为 0.3-1.0; 塔釜采出三乙胺;

[0021] 3) 将精馏塔塔顶采出液送入第二分相罐, 所述第二分相罐的温度为 10-35℃, 压力为 101.325kPa; 从第二分相罐上层料液分离出的物流中, 得到二氯甲烷; 从第二分相罐下层料液分离出的物流中, 得到水。

[0022] 与已有技术方案相比, 本发明具有以下有益效果:

[0023] 本发明提供了一种使用精馏塔来分离二氯甲烷、三乙胺和水的方法。原料液经过第一分相罐, 将大部分水分离出来, 再经由精馏塔分离时减少了组分水的干扰, 使得精馏塔分离二氯甲烷和三乙胺得以顺利进行, 在塔釜得到高含量的三乙胺。塔顶采出液再进入第二分相罐进一步分离出高含量的二氯甲烷, 从而达到了分离目的。该方法可以有效地分离二氯甲烷, 三乙胺和水的混合溶液, 得到 99.6% 的二氯甲烷和 99.9% 的三乙胺。

附图说明

[0024] 图 1 是本发明的工艺流程示意图。

[0025] 图中: 1- 第一分相罐; 2- 精馏塔; 3- 第二分相罐; 4- 全凝器; 5- 原料液; 6- 三乙胺; 7- 二氯甲烷; 8- 水。

[0026] 下面对本发明进一步详细说明。但下述的实例仅仅是本发明的简易例子, 并不代表或限制本发明的权利保护范围, 本发明的保护范围以权利要求书为准。

具体实施方式

[0027] 下面结合附图并通过具体实施方式来进一步说明本发明的技术方案。

[0028] 为更好地说明本发明, 便于理解本发明的技术方案, 本发明的典型但非限制性的实施例如下:

[0029] 按照图 1 所示的工艺流程示意图连接各设备。

[0030] 实施例 1

[0031] 原料液 5 中含有二氯甲烷 65% (质量分数, 下同), 三乙胺 30% 和水 5%, 温度为 20℃。将原料液 5 首先在常压下送入第一分相罐 1。第一分相罐 1 的温度为 10℃, 压力为 101.325kPa。将从第一分相罐 1 上层料液中分离出的物流送入精馏塔 2, 物流温度为 20℃, 精馏塔 2 塔板数为 24 块, 从精馏塔 2 第 12 块塔板进料, 塔顶为全凝器 4。进行全回流操作

稳定到精馏塔 2 塔顶温度 37.4℃,塔釜温度 88.0℃左右时开始采出,回流比为 0.4。在精馏塔 2 塔釜液中,经过色谱仪分离,可以得到 99.2%的三乙胺 6,于贮罐中存放。在精馏塔 2 塔顶采出液中,可以得到 97.9%的二氯甲烷,2.1%水和微量三乙胺的混合液,将此混合液送入第二分相罐 3 中。第二分相罐 3 的温度为 25℃,压力为 101.325kPa。经过色谱仪分离,从第二分相罐 3 上层料液分离出的物流中,得到 99.6%的二氯甲烷 7,于贮罐中存放。从第二分相罐 3 下层料液分离出的物流中,得到 99.0%的水 8。从第一分相罐下层料液分离出的物流中,含有二氯甲烷 0.7%,三乙胺 3.3%,水 96.0%。

[0032] 实施例 2

[0033] 原料液 5 中含有二氯甲烷 65% (质量分数,下同),三乙胺 30%和水 5%,温度为 22℃。将原料液 5 首先在常压下送入第一分相罐 1。第一分相罐 1 的温度为 25℃,压力为 101.325kPa。将从第一分相罐 1 上层料液中分离出的物流送入精馏塔 2,物流温度为 25℃,精馏塔 2 塔板数为 24 块,从精馏塔 2 第 12 块塔板进料,塔顶为全凝器 4。进行全回流操作稳定到精馏塔 2 塔顶温度 37.4℃,塔釜温度 88.6℃左右时开始采出,回流比为 0.3。在精馏塔 2 塔釜液中,经过色谱仪分离,可以得到 99.9%的三乙胺 6,于贮罐中存放。在精馏塔 2 塔顶采出液中,可以得到 98.3%的二氯甲烷,1.6%水和微量三乙胺的混合液,将此混合液送入第二分相罐 3 中。第二分相罐 3 的温度为 10℃,压力为 101.325kPa。经过色谱仪分离,从第二分相罐 3 上层料液分离出的物流中,得到 99.6%的二氯甲烷 7,于贮罐中存放。从第二分相罐 3 下层料液分离出的物流中,得到 99.2%的水 8。从第一分相罐下层料液分离出的物流中,含有二氯甲烷 0.8%,三乙胺 1.6%,水 97.6%。

[0034] 实施例 3

[0035] 原料液 5 中含有二氯甲烷 65% (质量分数,下同),三乙胺 30%和水 5%,温度为 25℃。将原料液 5 首先在常压下送入第一分相罐 1。第一分相罐 1 的温度为 35℃,压力为 101.325kPa。将从第一分相罐 1 上层料液中分离出的物流送入精馏塔 2,物流温度为 35℃,精馏塔 2 塔板数为 24 块,从精馏塔 2 第 12 块塔板进料,塔顶为全凝器 4。进行全回流操作稳定到精馏塔 2 塔顶温度 37.5℃,塔釜温度 88.6℃左右时开始采出,回流比为 1.0。在精馏塔 2 塔釜液中,经过色谱仪分离,可以得到 99.9%的三乙胺 6,于贮罐中存放。在精馏塔 2 塔顶采出液中,可以得到 98.3%的二氯甲烷,1.5%水和微量三乙胺的混合液,将此混合液送入第二分相罐 3 中。第二分相罐 3 的温度为 35℃,压力为 101.325kPa。经过色谱仪分离,从第二分相罐 3 上层料液分离出的物流中,得到 99.3%的二氯甲烷 7,于贮罐中存放。从第二分相罐 3 下层料液分离出的物流中,得到 98.8%的水 8。从第一分相罐下层料液分离出的物流中,含有二氯甲烷 0.9%,三乙胺 1.1%,水 98.0%。

[0036] 申请人声明,本发明通过上述实施例来说明本发明的方法,但本发明并不局限于上述操作步骤,即不意味着本发明必须依赖上述操作步骤才能实施。所属技术领域的技术人员应该明了,对本发明的任何改进,对本发明所选用原料的等效替换及辅助成分的添加、具体方式的选择等,均落在本发明的保护范围和公开范围之内。

[0037] 以上详细描述了本发明的优选实施方式,但是,本发明并不限于上述实施方式中的具体细节,在本发明的技术构思范围内,可以对本发明的技术方案进行多种简单变型,这些简单变型均属于本发明的保护范围。

[0038] 另外需要说明的是,在上述具体实施方式中所描述的各个具体技术特征,在不矛

盾的情况下,可以通过任何合适的方式进行组合,为了避免不必要的重复,本发明对各种可能的组合方式不再另行说明。

[0039] 此外,本发明的各种不同的实施方式之间也可以进行任意组合,只要其不违背本发明的思想,其同样应当视为本发明所公开的内容。

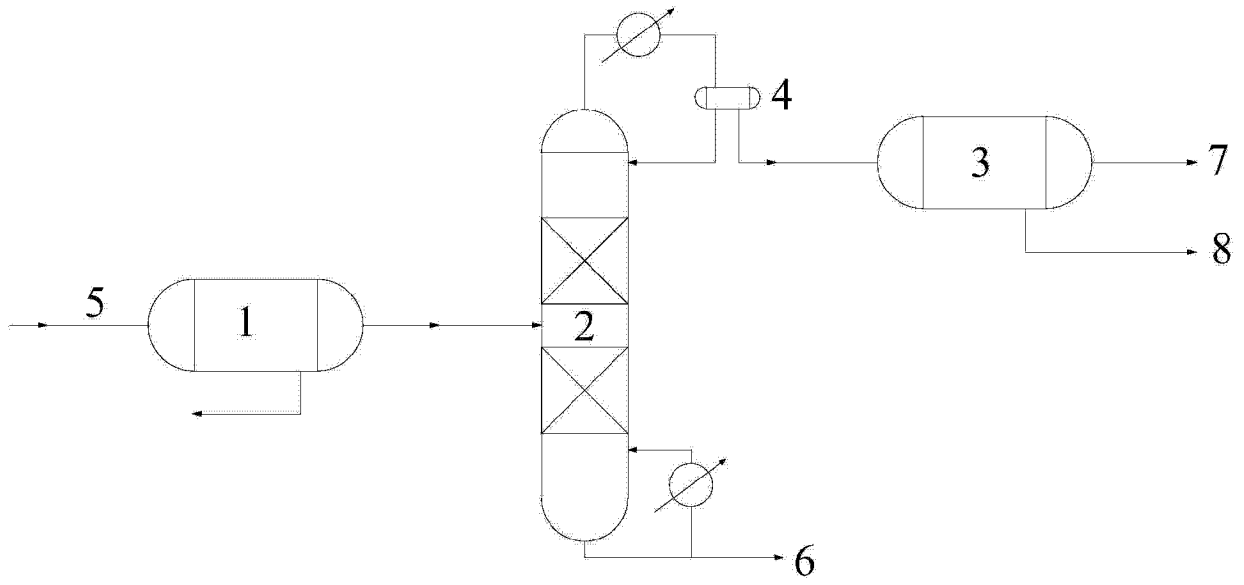


图 1