

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.⁷
B01D 1/00
C08G 18/00

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 02120284.2

[43] 公开日 2002 年 12 月 25 日

[11] 公开号 CN 1386559A

[22] 申请日 2002.5.22 [21] 申请号 02120284.2

[30] 优先权

[32]2001.5.22 [33]DE [31]10124904.7

[71] 申请人 拜尔公司

地址 联邦德国莱沃库森

[72] 发明人 K·M·屈珀

A·费尔赫尔特

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 赵苏林 谭明胜

权利要求书 3 页 说明书 5 页 附图 3 页

[54] 发明名称 带有腔室的循环蒸发器

[57] 摘要

本发明涉及用于分离由易挥发组分和不易挥发性组分组成的混合物的循环蒸发器,该循环蒸发器包含由至少一个进料室和一个出料室组成的排出容器。本发明还涉及利用循环蒸发器通过蒸馏对由易挥发组分和不易挥发性组分组成的混合物进行分离的方法。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1. 一种循环蒸发器，其包含
蒸发器和通过连接件连接到所述蒸发器上的排出容器，
冷凝器，
5 真空泵，
将排出容器连接到蒸发器上并包含泵的循环线、原料混合物的进料线，
和提纯后的混合物的出料线，
其中排出容器含有至少一个进料室和一个出料室，
10 提纯后的混合物的出料线所连接的出料室直接连接到从蒸发器排出未蒸发液体的连接件上，
原料混合物的进料线所指向的进料室直接连接到冷凝器上。
2. 权利要求1所述的循环蒸发器，其包含
蒸发器(1)和通过连接件(9)连接到所述蒸发器上的排出容器
15 (4)，
冷凝器(2)，
真空泵(3)，
将排出容器(4)连接到蒸发器(1)上并含有泵(6)的循环线(5)、
进料线(7)，
20 和出料线(8)，
其中排出容器(4)包含进料室(4a)和出料室(4b)，
提纯后混合物的出料线(8)所连接的出料室(4b)直接连接到用于从蒸发器(1)排出未蒸发的液体的连接件(9)上，
原料混合物的进料线(7)所指向的进料室(4a)直接连接到冷凝
25 器(2)上。
3. 权利要求1所述的循环蒸发器，其中排出容器(4)的两个腔室(4a; 4b)是并联连接，两者都通过连接件(9)连接到蒸发器上并都含有至循环线(5)上的连接。
4. 权利要求1所述的循环蒸发器，其中排出容器(4)的两个腔
30 室(4a; 4b)是串联连接，且进料室(4a)位于出料室(4b)的下游。
5. 在权利要求1所述的循环蒸发器中通过蒸馏对含有易挥发的和不易挥发的组分的混合物进行分离的方法，该方法包括

a) 将原料混合物通过进料线加入到排出容器的进料室, 在所述的进料室中蒸发 1~95% 的易挥发组分, 按原料混合物计, 然后将该易挥发组分在冷凝器中进行冷凝, 并从冷凝器中排出冷凝后的易挥发组分, 和

5 b) 将步骤 a) 的未蒸发部分通过管线从排出容器加入到蒸发器, 在蒸发器中蒸发出 10~99% 的易挥发组分, 按照未蒸发部分的易挥发组分计, 然后将其在冷凝器中进行冷凝并从冷凝器中排出冷凝后的易挥发组分, 和

c) 将步骤 b) 的未蒸发部分加入到排出容器的两个腔室, 和

10 d) 从排出容器的出料室通过出料线排出一部分提纯后的混合物。

6. 权利要求 5 所述的方法, 其中循环蒸发器的排出容器 (4) 的两个腔室 (4a; 4b) 是并联连接, 两者都通过连接件 (9) 连接到蒸发器上, 并都含有至管线 (5) 上的连接。

7. 权利要求 5 所述的方法, 其中在室 (4a) 中蒸发 10~80% 的易挥发组分。

8. 权利要求 5 所述的方法, 其中在蒸发器 (1) 中蒸发 50~90% 的易挥发组分。

9. 权利要求 5 所述的方法, 其中循环蒸发器的排出容器 (4) 的两个腔室 (4a; 4b) 是串联连接, 进料室 (4a) 位于出料室 (4b) 的下游, 该方法包括

20 c) 将步骤 b) 的未蒸发部分加入到排出容器 (4) 的出料室 (4b) 中,

d) 从出料室 (4b) 通过出料线 (8) 排出一部分提纯后的混合物, 和

25 e) 将出料室剩余部分的提纯后的混合物加入到排出容器 (4) 的进料室 (4a) 中。

10. 权利要求 5 所述的方法, 其中先预热原料混合物, 然后将其加入到排出容器 (4) 中。

11. 权利要求 5 所述的方法, 其中循环蒸发器以原料混合物从液面下方流进排出容器 (4) 的进料室 (4a) 的方式操作。

12. 权利要求 5 所述的方法, 其中通过循环线 (5) 循环的混合物的质通量与通过进料线 (7) 供给的原料混合物的质通量之比等于 1~

100.

13. 权利要求 5 所述的方法, 其中通过循环线 (5) 循环的混合物的质通量与通过进料线 (7) 供给的原料混合物的质通量之比等于 3~20.

5 14. 权利要求 5 所述的方法, 其中使至少一种异氰酸酯与至少一种聚氨酯或聚异氰酸酯分离.

15. 权利要求 14 所述的方法, 其中的异氰酸酯是 1,6-己二异氰酸酯.

带有腔室的循环蒸发器

技术领域

- 5 本发明涉及对易挥发组分和不易挥发组分的混合物进行分离的循环蒸发器，该循环器包括含有至少两个腔室（chamber）的排出容器。本发明还涉及通过对由易挥发组分和不易挥发组分组成的混合物进行蒸馏来进行分离的方法。

背景技术

- 10 根据现有技术，循环蒸发器通常包含蒸发器和通过连接件连接到所述蒸发器上的排出容器、冷凝器、真空泵、将排出容器连接到蒸发器上并含有循环泵的循环线、原料混合物的进料线和提纯后混合物的出料线。在该种情况下提纯后混合物的流出一般通过排出容器进行；原料混合物的进料一般通过循环线进行，通过该循环线将混合物从排
15 出容器泵入到蒸发器中。现有技术的循环蒸发器表示于图1中。

- 例如，现有技术的循环蒸发器的典型例子记载于 Dr Hermann Stage, Fettsäure-Geradeausdestillation und-Fraktionierung unter dem Gesichtswinkel der Wirtschaftlichkeit, CZ-Chemie-Technik, Annual Set 2, 第254-260页[1973]; Joachim Gebel, Gülle-Aufbereitung: umweltgerecht und wirtschaftlich, WLB, Wasser, Luft und Boden 6, 第20-26页[1992]; B. Gericke, Zwangsumlaufverdampfer im GUD-Prozeß und Druckaufgeladenen Systemen, 第一部分: Atmosphärischer GUD-Verdampfer, Brennst.-Wärme-Kraft, 第4卷, No.6, 第247-256页[1992]和 B. Gericke,
20 Zwangsumlaufverdampfer im GUD-Prozeß und druckaufgeladenen Systemen, 第二部分: Druckaufgeladener Kohlegas-Verdampfer, Brennst.-Wärme-Kraft, 第4卷, No.7/8, 第295-304页[1992]。

- 如果将循环蒸发器用于分离漆树脂（lacquer resin）/异氰酸酯混合物，为了调整所希望的漆树脂纯度，则该循环蒸发器需要在相当
30 高的温度和较低的绝对压力下运行。为避免过高的温度，循环蒸发器必须具有较大的蒸发表面。这就需要大型的仪器和较长的停留时间。

在温度过高以及在该温度荷载条件下、停留时间过长的情况下，

会发生漆树脂的部分分解以及漆树脂颜色的变化，表现为颜色指数（color index）的增加。

本发明的一个目的是提供一种循环蒸发器，利用该循环蒸发器可降低蒸发温度，并可减少由易挥发组分和不易挥发组分组成的混合物的热负荷。本发明的另一个目的是提供一种在降低的蒸发温度下通过对有易挥发组分和不易挥发组分的混合物进行蒸馏来进行分离的方法。

发明概述

本发明涉及循环蒸发器，该循环蒸发器包含
10 蒸发器和通过连接件连接到所述蒸发器上的排出容器，
冷凝器，
真空泵，
将排出容器连接到蒸发器上并含有泵的循环线、原料混合物的进料线，
15 和提纯后混合物的出料线，
其中排出容器含有至少一个进料室和一个出料室，
提纯后的混合物的出料线所连接的出料室直接连接到用于从蒸发器排出未蒸发液体的连接件上，
原料混合物的进料线所指向的进料室直接连接到冷凝器上。
20 在下面的附图的基础上详细描述本发明。

附图简述

图 1 表示现有技术的循环蒸发器。
图 2 表示本发明的、带有并联连接的排出容器腔室的循环蒸发器。
图 3 表示带有并联连接的腔室的排出容器的另一种实施方案。
25 图 4 表示带有并联连接的腔室的排出容器的另一种实施方案。
图 5 表示具有串联连接的排出容器腔室的循环蒸发器。

发明详述

本发明涉及循环蒸发器，该循环蒸发器包含蒸发器和通过连接件连接到所述蒸发器上的排出容器、冷凝器、真空泵、将排出容器连接到蒸发器上并含有泵的循环线、原料混合物的进料线和提纯后的混合物的出料线，其特征在于排出容器至少由一个进料室和一个出料室组成，提纯后的混合物的出料线所连接的出料室直接连接到用于从蒸发

30

器中排出未蒸发的液体的连接件上，原料混合物的进料线所指向的进料室直接连接到冷凝器上。

在一种可能的实施方案中，排出容器的两个室并联连接，两者都通过连接件连接到蒸发器上并都含有至管线的连接（connection）。

- 5 在另一种实施方案中，排出容器的两个室串联连接，原料混合物的进料线所指向的进料室位于出料室的下游，提纯后的混合物的出料线从该出料室引出，进料室含有将其连接到管线上的连接，出料室通过连接件连接到蒸发器上。

- 10 本发明还涉及通过对含有易挥发的和不易挥发的组分的混合物进行蒸馏来进行连续分离的方法，其中采用本发明的具有并联连接的排出容器腔室的带腔室的循环蒸发器，其中原料混合物通过进料线加入到排出容器的进料室，在所述的进料室中蒸发 1~95%、优选 10~80% 的易挥发组分并将其在冷凝器中冷凝然后从冷凝器中排出，未蒸发部分通过管线从排出容器加到蒸发器中，在所述蒸发器中蒸发 10~99%、
15 优选 50~90% 的易挥发组分，并将其在冷凝器中冷凝，然后从冷凝器中排出，未蒸发的部分加至排出容器的两个室，将一部分提纯后的混合物通过出料线从排出容器的出料室排出。

- 20 本发明还涉及通过对含有易挥发的和不易挥发的组分的混合物进行蒸馏来进行连续分离的方法，其中所用的循环蒸发器具有串联连接的排出容器腔室，其中原料混合物通过进料线加入到排出容器的进料室，在所述的进料室中蒸发 1~95%、优选 10~80% 的易挥发组分并将其在冷凝器中冷凝，然后从冷凝器中排出，未蒸发部分通过管线加至蒸发器，在所述蒸发器中蒸发 10~99%、优选 50~90% 的易挥发组分并将其在冷凝器中冷凝，然后从冷凝器中排出，未蒸发的部分加至排出
25 容器的出料室，一部分提纯后的混合物通过出料线从该室排出，剩余的提纯后的混合物加至排出容器的进料室中。

在连续的稳态操作下，通过出料线从排出容器的出料室排出的那部分提纯后的混合物等于通过进料线供给的原料混合物的质通量与冷凝器中冷凝和排出的质通量的差值。

- 30 在该方法的一种实施方案中，先预热原料混合物，然后使其进入到排出容器，以便在进料室中蒸发相对大量的易挥发组分。

在该方法的另一种实施方案中，循环蒸发器以原料混合物从液面

下方进入排出容器的进料室的方式下操作,以便使已经流进的原料混合物因与提纯后的混合物混合而迅速加热,并且能够蒸发易挥发组分。在该连接中,原料混合物的进料位置离液面越近,在排出容器的进料室中蒸发的低沸点组分的比例越大,这是由液体混合物内的静压的降低引起的。

另外,循环蒸发器也可按如下方式操作,例如,预热后的原料混合物从液面上方流进排出容器的进料室。

供给的原料混合物的温度越高,在排出容器的进料室内蒸发的低沸点组分的比例就越大。

在本发明的一种实施方案中,通过循环线循环的混合物的质通量与通过进料线供给的原料混合物的质通量之比等于1~100,优选3~20。

循环蒸发器优选在低压下、优选在1~100毫巴、更优选2~10毫巴的绝对压力下运行。

该方法尤其适用于从漆树脂或其它聚氨酯或其混合物中分离一种或多种异氰酸酯、优选1,6-己二异氰酸酯。可利用现有技术的循环蒸发器进行分离的混合物也适合于在本发明的带有腔室的循环蒸发器中进行分离。具体地说,特别适合的是聚异氰酸酯和缩二脲和/或异氰尿酸酯和/或脲基甲酸酯和/或氨基甲酸乙酯和/或uretdione结构,通常将其用于聚氨酯漆应用或与固定结构元件混合的类型。

实施例

实施例1

通过蒸馏从聚异氰酸酯与异氰尿酸酯和 uretdione 结构的混合物中分离1,6-己二异氰酸酯

利用图2的循环蒸发器来进行蒸馏。将组成为29wt.%漆树脂和71wt.%1,6-己二异氰酸酯的800kg/h的质通量作为进料7于120℃的温度下导入到排出容器4的进料室4a中,在所述进料室中与来自蒸发器1的液体排出物进行混合,该蒸发器在150℃的温度下将混合物排入排出容器4的出料室4b和进料室4a。在该过程中,蒸发一部分随着进料7引入到进料室4a的1,6-己二异氰酸酯。

将从蒸发器1和排出容器4的进料室4a蒸出的质通量通过真空泵3传送到冷凝器2并在此冷凝,该真空泵产生10毫巴的绝对压力。从

冷凝器 2 排出的质通量为 530kg/h, 其组成为 100wt.% 的 1,6-己二异氰酸酯。

通过出料线 8 从排出容器 4 的出料室 4b 排出的质通量为 270kg/h, 其组成为 86wt.% 漆树脂和 14wt.% 的 1,6-己二异氰酸酯。

5 出料室 4b 和进料室 4a 以连通方式彼此相互连接。

泵 6 于 140℃ 的温度将约 7000kg/h 的质通量从排出容器 4 的两个腔室 4a 和 4b 通过循环线 5 传送到蒸发器 1 的顶部。

实施例 2

10 通过蒸馏从聚异氰酸酯和缩二脲结构的混合物中分离 1,6-己二异氰酸酯

利用图 2 的循环蒸发器来进行蒸馏。将组成为 42wt.% 漆树脂和 58wt.% 1,6-己二异氰酸酯的 1450kg/h 的质通量作为进料 7 于 145℃ 的温度下导入到排出容器 4 的进料室 4a 中, 在所述进料室中与来自蒸发器 1 的液体排出物进行混合, 该蒸发器在 165℃ 的温度下将混合物排入
15 排出容器 4 的出料室 4b 和进料室 4a。在该过程中, 蒸发一部分随着进料 7 引入进料室 4a 的 1,6-己二异氰酸酯。

从蒸发器 1 和排出容器 4 的进料室 4a 蒸发的质通量通过真空泵 3 传送到冷凝器 2 并在此冷凝, 该真空泵产生 10 毫巴的绝对压力。从冷凝器 2 排出的质通量为 800kg/h, 其组成为 100wt.% 的 1,6-己二异氰
20 酸酯。

通过出料线 8 从排出容器 4 的出料室 4b 排出的质通量为 650kg/h, 其组成为 94wt.% 漆树脂和 6wt.% 的 1,6-己二异氰酸酯。

出料室 4b 和进料室 4a 以连通方式彼此相互连接。

25 泵 6 于 155℃ 的温度将约 10,000kg/h 的质通量从排出容器 4 的两个室 4a 和 4b 通过循环线 5 传送到蒸发器 1 的顶部。

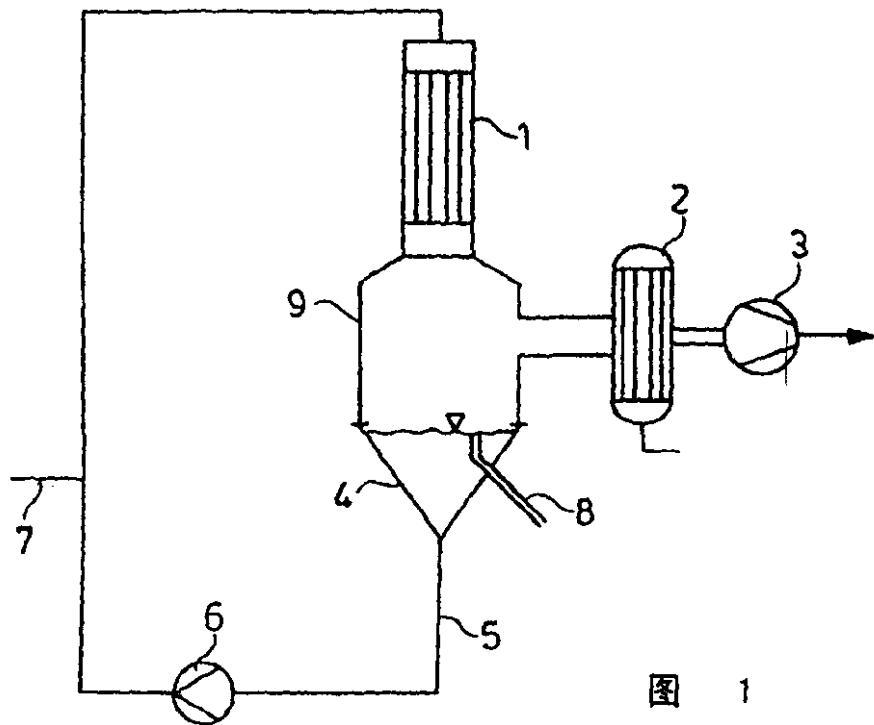


图 1

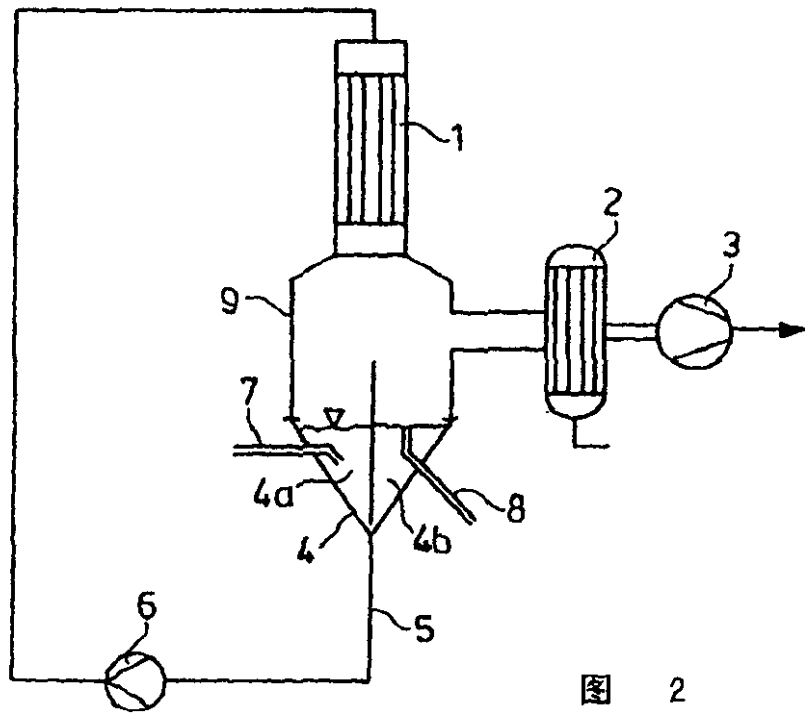


图 2

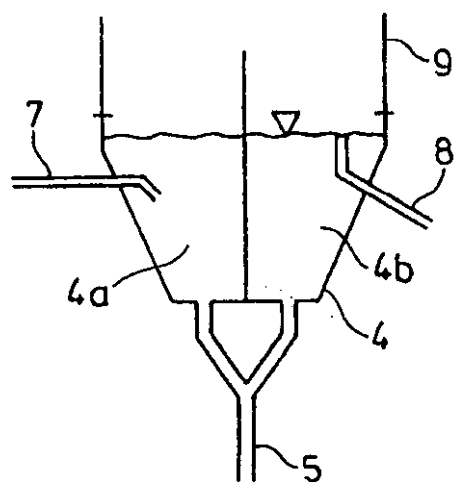


图 3

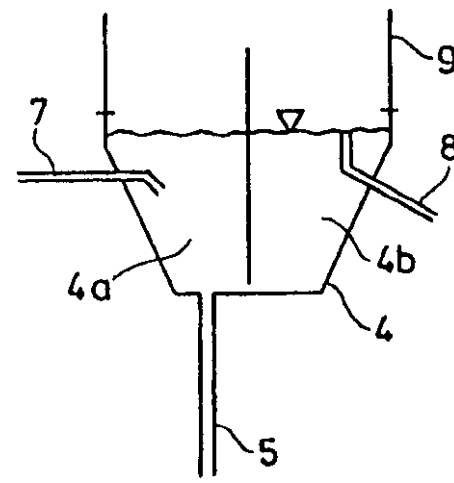


图 4

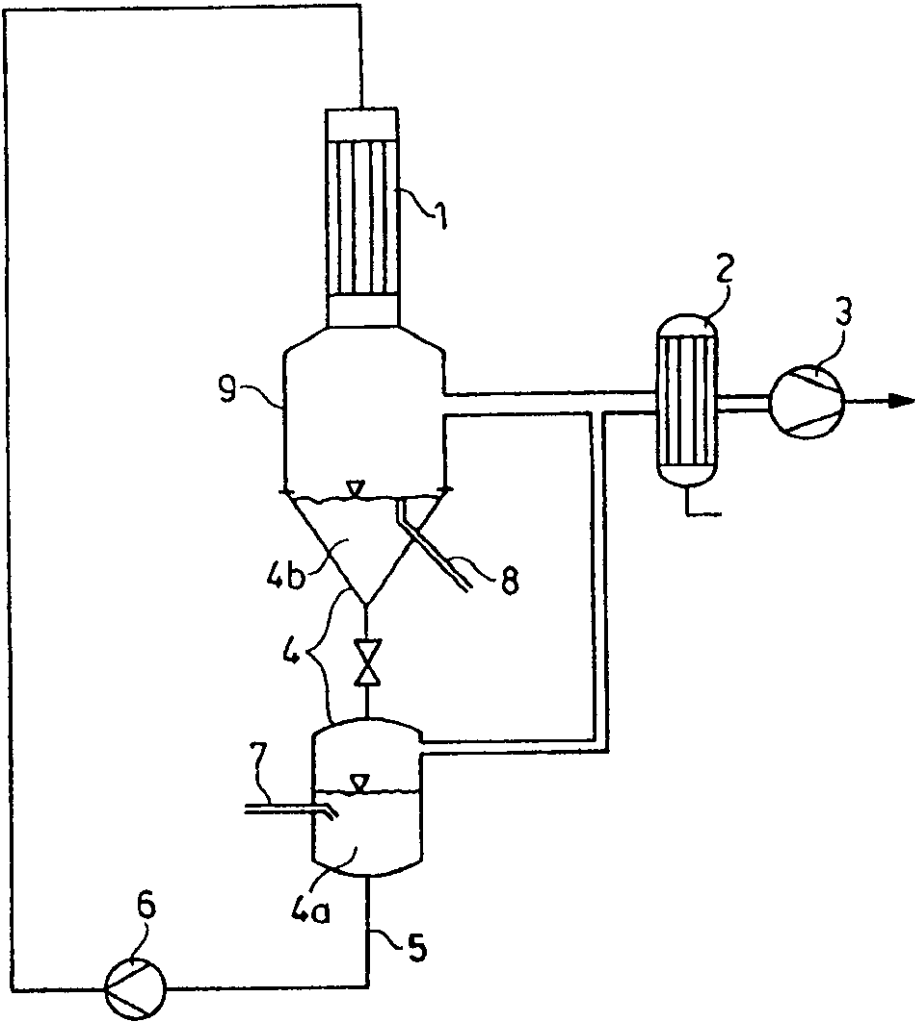


图 5

HKP0220624

Chambered Circulation Evaporator

The invention relates to a circulation evaporator for separating mixtures consisting of more volatile and less volatile components, which comprises a discharge container that consists of at least a chamber for the feed and of a chamber for the outflow. The invention further relates to a process for the separation by distillation of a mixture consisting of more volatile and less volatile components by employing the circulation evaporator.