[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
C07C 67/54 (2006.01)
C07C 69/14 (2006.01)

[12] 发 明 专 利 说 明 书

专利号 ZL 200610033935.5

[45] 授权公告日 2008 年 8 月 20 日

[11] 授权公告号 CN 100412051C

[22] 申请日 2006.2.28
[21] 申请号 200610033935.5
[73] 专利权人 华南理工大学
地址 510640 广东省广州市天河区五山路 381 号
[72] 发明人 陈清林 高学农 邓仁杰
[74] 专利代理机构 广州粤高专利代理有限公司
代理人 何淑珍

[56] 参考文献
JP2002－316967A 2002.10.31
US6605738B1 2003.8.12
CN1299807A 2001.6.20
CN1417182A 2003.5.14
CN1326923A 2001.12.19
审查员 常晓屿

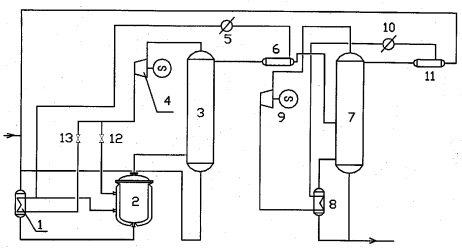
权利要求书 2 页 说明书 5 页 附图 1 页

[54] 发明名称

醋酸丁酯的热泵精馏生产方法及装置

[57] 摘要

本发明公开了一种醋酸丁酯的热泵精馏生产方法，包括原料经过酯化釜、酯化塔酯化后，经过精馏塔精馏制得，其特征在于还包括将来自酯化塔塔顶的混合气以及来自精馏塔塔顶的混合气压缩成为过热气体，作为热源与原料和酯化釜以及塔底再沸器换热，所述方法使用的装置，包括酯化塔、酯化重沸器、酯化釜、精馏塔、精馏重沸器、冷却器、分相器、调节阀，酯化釜与酯化重沸器和酯化塔连接，精馏塔与精馏重沸器连接，其特征在于还包括两套热泵。 本发明的方法能够节省醋酸丁酯生产中的加热蒸汽和冷却水，极大提高过程的用能效率，并能使醋酸丁酯精馏的能耗下降 56.9%。 本方法适用于醋酸丁酯的生产领域。



1、一种醋酸丁酯的热泵精馏生产方法，包括原料经过酯化釜、酯化塔酯化后，经过精馏塔精馏制得，其特征在于还包括：

将酯化塔塔顶的混合气经压缩成为过热气体作为热源与原料和酯化釜换热，换热后的混合气依靠自身压力返回塔顶处的高位，经冷却后分相得到粗酯和水，将部分粗酯、水回流至酯化塔，其余粗酯进入精馏塔；和

将精馏塔塔顶的混合气经压缩成为过热气体作为热源与塔底再沸器换热，换热后得到冷凝液经进一步冷却后部分回流至精馏塔，其余部分送至进料端作为原料。

2、根据权利要求 1 所述的方法，其特征在于所述来自酯化塔塔顶的混合气由60～64％重量的醋酸丁酯、8～12％重量的丁醇和 26～30％重量的水组成，其压力为 0.103MPa、温度 91～93℃，所述混合气体经压缩后，其压力为 0.309MPa，温度为 154℃。

3、根据权利要求 1 所述的方法，其特征在于所述来自精馏塔塔顶的混合气由39％重量的醋酸丁酯、49％重量的丁醇和 12％重量的水组成，压力为 0.103Mpa、温度 114℃，所述混合气体经压缩后，其压力为 0.515Mpa，温度为 180℃。

4、一种实现权利要求 1～3 之一所述方法的装置，包括酯化塔、酯化重沸器、酯化釜、精馏塔、精馏重沸器、冷却器、分相器、调节阀，酯化重沸器一端为进料端，另一端通过管道与酯化釜进料端连接，酯化釜的出料端通过管道与酯化塔进料端连接，酯化塔的底端通过管道与酯化重沸器的进料端连接，酯化塔的顶端通过管道与分相器的一端连接，分相器的另一端通过管道连接精馏塔进料端，精馏塔底端通过管道分别与精馏重沸器的进口端、成品槽连接，精馏重沸器的出口端通过管道与精馏塔底端连接，精馏塔的顶端通过管道与分相器的一端连接，分相器的另一端通过管道连接酯化重沸器的进料端，其特征在于还包括两套热泵，其中：

一套热泵的一端通过管道与酯化塔塔顶出口相连，另一端通过两个调节阀分别与酯化釜的气体进口端和酯化重沸器的气体进口端连接，酯化釜的气体出口端和酯

化重沸器的气体出口端通过管道与冷却器一端连接，冷却器的另一端连接分相器，和

另一套热泵的一端通过管道与精馏塔塔顶出口相连，另一端与精馏重沸器的气体进口端连接，精馏重沸器的气体出口端通过管道与冷却器一端连接，冷却器的另一端连接分相器。

醋酸丁酯的热泵精馏生产方法及装置

技术领域

本发明涉及一种醋酸丁酯的生产方法，特别涉及一种醋酸丁酯的热泵精馏生产方法。

本发明还涉及一种上述方法使用的装置。

背景技术

醋酸丁酯是一种优良的有机溶剂，广泛应用于涂料、香料、制革、制药等行业。近年来，随着醋酸酯类逐渐取代甲乙酮和甲基异丁基酮等脂肪族酮以及苯、甲苯和二甲苯等芳香族溶剂，国内外醋酸丁酯的需求大幅增长。

制备醋酸丁酯的方法主要有三氧化二钕催化合成法、DH型催化剂催化合成法和采用硫酸催化剂酯化法等。目前，国内工业化生产醋酸丁酯普遍采用的是传统硫酸催化酯化法，该方法因主要采用反应精馏等单元操作过程，能耗、物耗相对较高。在化工生产中，精馏通常是能耗较大的单元过程，其耗能约占总能耗的40%。因此，提高精馏过程的佣效率，降低过程能耗，是醋酸丁酯生产节能的重要途径。

热泵精馏作为一种能有效提高精馏热效率的节能技术，已广泛应用于各种化工生产过程中。如在异丁烷/正丁烷、丙烷/丙烯、乙烷/乙烯等物系的分离和乙醇生产中，存在着大量成功使用热泵技术的实例，使用结果表明，热泵精馏技术能够极大地降低生产过程能耗，取得显著的经济效益。

发明内容

本发明克服了现有技术的不足，提供了一种醋酸丁酯的热泵精馏生产方法，该方法结构简单，高效节能，安全可靠。

本发明的另一目的在于提供了一种上述方法使用的装置。

本发明的醋酸丁酯的热泵精馏生产方法，包括原料乙酸、丁酯经过酯化釜、酯

化塔酯化后，经过精馏塔精馏制得，其特征在于还包括：

将酯化塔塔顶的混合气经压缩成为过热气体作为热源与原料和酯化釜换热，换热后的混合气依靠自身压力返回塔顶处的高位，经冷却后分相得到粗酯和水，将部分粗酯、水回流至酯化塔，其余粗酯进入精馏塔；和

将精馏塔塔顶的混合气经压缩成为过热气体作为热源与塔底重沸器换热，换热后得到冷凝液经进一步冷却后部分回流至精馏塔，其余部分送至进料端作为原料。

所述来自酯化塔塔顶的混合气是含有 60～64％重量的醋酸丁酯、8～12％重量的丁醇和 26～30％重量的水，压力为 0.103MPa、温度 91～93℃的混合气体，所述混合气体经压缩后，其压力为 0.309MPa，温度为 154℃。

所述来自精馏塔塔顶的混合气是含有 39％重量的醋酸丁酯、49％重量的丁醇和 12％重量的水，压力为 0.103Mpa、温度 114℃的混合气体，所述混合气体经压缩后，其压力为 0.515Mpa，温度为 180℃。

本发明公开的一种实现醋酸丁酯的热泵精馏生产方法使用的装置，包括酯化塔、酯化重沸器、酯化釜、精馏塔、精馏重沸器、冷却器、分相器、调节阀、两套热泵，其中：酯化重沸器一端为进料端，另一端通过管道与酯化釜进料端连接，酯化釜的出料端通过管道与酯化塔进料端连接，酯化塔的底端通过管道与酯化重沸器的进料端连接，酯化塔的顶端通过管道与分相器的一端连接，分相器的另一端通过管道连接精馏塔进料端，精馏塔底端通过管道分别与精馏重沸器的进口端、成品槽连接，精馏重沸器的出口端通过管道与精馏塔底端连接，精馏塔的顶端通过管道与分相器的一端连接，分相器的另一端通过管道连接酯化重沸器的进料端，一套热泵的一端通过管道与酯化塔塔顶出口相连，另一端通过两个调节阀分别与酯化釜的气体进口端和酯化重沸器的气体进口端连接，酯化釜的气体出口端和酯化重沸器的气体出口端通过管道与冷却器一端连接，冷却器的另一端连接分相器，另一套热泵的一端通过管道与精馏塔塔顶出口相连，另一端与精馏重沸器的气体进口端连接，精馏重沸器的气体出口端通过管道与冷却器一端连接，冷却器的另一端连接分相器。

本发明是在常规精馏醋酸丁酯生产装置的基础上，增设两套压缩式热泵系统，省去塔顶冷凝器，将压缩机、酯化塔、精馏塔、塔底重沸器、反应釜等设备组合在一起构成的循环工艺流程，通过消耗少量的电能，从较低温位的冷凝器取热，用于再沸器和反应釜的供热，达到节能降耗的目的。

本发明与现有技术相比，具有如下优点：

（1）本发明与常规流程相比并未改变原酯化塔和精馏塔的工艺及操作参数，但是本发明通过将塔顶气相共沸物经热泵压缩升温，在塔底放热冷凝后，利用自身压力返回塔顶分相器，通过塔顶低温热的升级利用，能够节省加热蒸汽和冷却水，极大提高过程的用能效率。

（2）本发明的方法不需改变原酯化塔、精馏塔的工艺操作参数，适合于现有的常规醋酸丁酯生产装置的节能改造。

（3）本发明的经济效益显著，能大幅度降低生产过程能耗，与常规工艺流程相比，热泵精馏新工艺流程能耗下降 56.9%，设备投资费用增加 14.5%，按年产 2.5 万吨醋酸丁酯生产装置计，每年可节省操作费用 354 万元。

附图说明

图 1 为本发明的装置结构示意图。

具体实施方式

如图 1 所示，酯化重沸器 1 的一端为进料端，另一端通过管道与酯化釜 2 进料端连接，酯化釜 2 的出料端通过管道与酯化塔 3 进料端连接，酯化塔 3 的底端通过管道与酯化重沸器 1 的进料端连接，酯化塔 3 的顶端通过管道与分相器 6 的一端连接，分相器 6 的另一端通过管道连接精馏塔 7 进料端，热泵 4 的一端通过管道与酯化塔 3 塔顶出口相连，另一端通过两个调节阀 12、13 分别与酯化釜 2 的气体进口端和酯化重沸器 1 的气体进口端连接，酯化釜 2 的气体出口端和酯化重沸器 1 的气体出口端通过管道与冷却器 5 一端连接，冷却器 5 的另一端连接分相器 6，精馏塔 7 底端通过管道分别与精馏重沸器 8 的进口端、成品槽连接，精馏重沸器 8 的出口

端通过管道与精馏塔 7 底端连接，精馏塔 7 的顶端通过管道与分相器 11 的一端连接，分相器 11 的另一端通过管道连接酯化重沸器 8 的进料端，，热泵 9 的一端通过管道与精馏塔 7 塔顶出口相连，另一端与精馏重沸器 8 的气体进口端连接，精馏重沸器 8 的气体出口端通过管道与冷却器 10 一端连接，冷却器 10 的另一端连接分相器 11 构成。

实施例 1 采用图 1 的装置，生产工艺如下：来自酯化塔塔顶的混合气由 60%重量的醋酸丁酯、12%重量的丁醇和 26%重量的水组成，其压力为 0.103MPa、温度 91℃，所述混合气体经压缩后，其压力为 0.309MPa，温度为 154℃。

来自精馏塔塔顶的混合气由 39%重量的醋酸丁酯、49%重量的丁醇和 12%重量的水组成，压力为 0.103Mpa、温度 114℃，所述混合气体经压缩后，其压力为 0.515Mpa，温度为 180℃。

与常规工艺相比，每生产 1 吨醋酸丁酯能够节约能耗费用 141.6 元，具体节省的能耗如表 1 所示。

表 1

项目	常规生产流程	热泵精馏流程
每吨产品能耗		
0.5MPa 蒸汽/t	1.9	—
水/t	1.5	—
电/kWh	33	179
每吨产品能耗费用		
0.5MPa 蒸汽/元	209	—
水/元	1.2	—
电/元	19.8	107.4
合计	249	107.4

其中：蒸汽以 110 元/t，电以 0.6 元/kWh, 水以 0.8 元/t 计算。

实施例2 采用图1的装置，生产工艺如下：来自酯化塔塔顶的混合气由64%重量的醋酸丁酯、8%重量的丁醇和30%重量的水组成，其压力为0.103MPa、温度91～93℃，所述混合气体经压缩后，其压力为0.309MPa，温度为154℃。

来自精馏塔塔顶的混合气由39%重量的醋酸丁酯、49%重量的丁醇和12%重量的水组成，压力为0.103Mpa、温度114℃，所述混合气体经压缩后，其压力为0.515Mpa，温度为180℃。

与常规工艺相比需要增加两套热泵系统，同时省去了蒸汽锅炉系统、冷却水循环系统和两台塔顶冷凝器。由于用共沸物混合气体作为工质，塔底重沸器总传热系数较水蒸汽要低，因此塔底再沸器的换热面积要适当增大，或者采用强化传热技术。本发明的设备投资改进效益如表2。

表2

项 目	新流程增加设备		新流程减少设备	
	数量/台套	金额/万元	数量/台套	金额/万元
热泵系统	2	220	—	—
再沸器改造	2	16	—	—
蒸汽系统	—	—	1	40
循环冷却水系统	—	—	1	25
塔顶冷凝器	—	—	2	12
合 计		236		77

对于总投资1100万元、年产2.5万吨的醋酸丁酯装置，热泵工艺与常规工艺相比，设备投资增加约159万元，占设备总投资的14.5%，但是热泵精馏流程每年可节省能耗等装置操作费用约354万元，热泵流程改造的简单投资回收期通常不到一年。

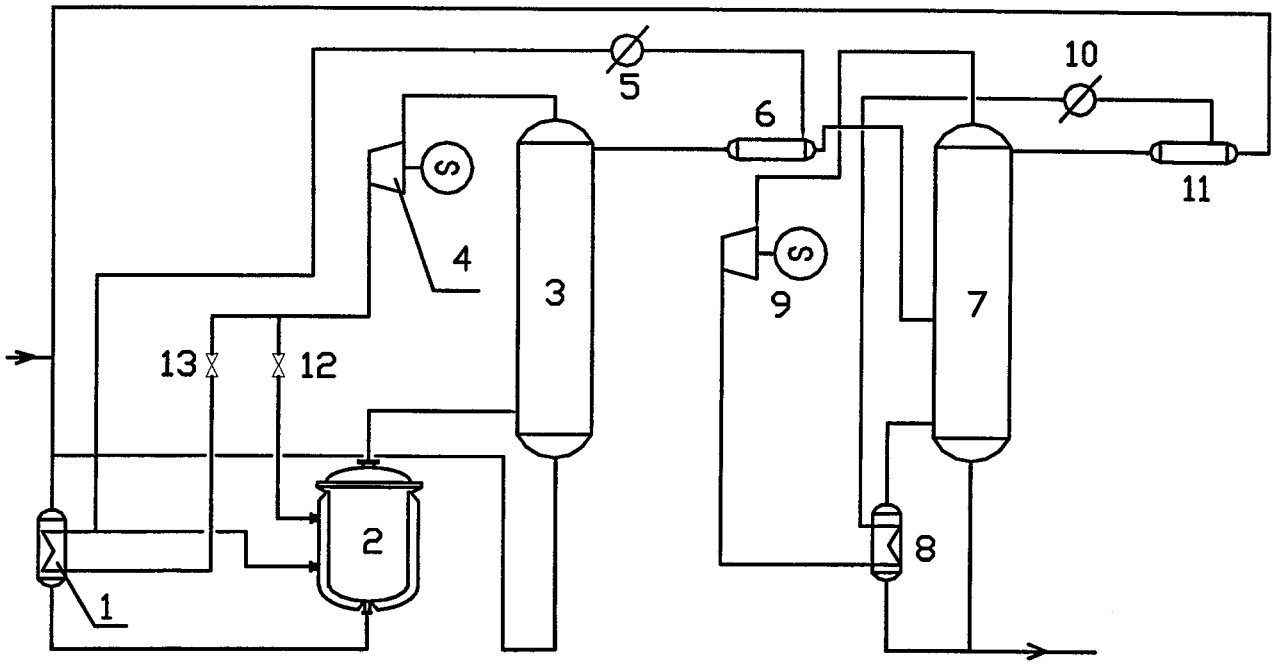


图1