



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106905103 A

(43)申请公布日 2017. 06. 30

(21)申请号 201710221290.6

(22)申请日 2017.04.06

(71)申请人 山东建筑大学

地址 250101 山东省济南市历城区凤鸣路
山东建筑大学材料科学与工程学院

(72)发明人 石磊 张丽炜 董其武 禚畅
刘科高

(51)Int.Cl.

C07C 15/46(2006.01)

C07C 7/00(2006.01)

C07C 7/04(2006.01)

B01D 53/02(2006.01)

B01D 5/00(2006.01)

C10L 1/10(2006.01)

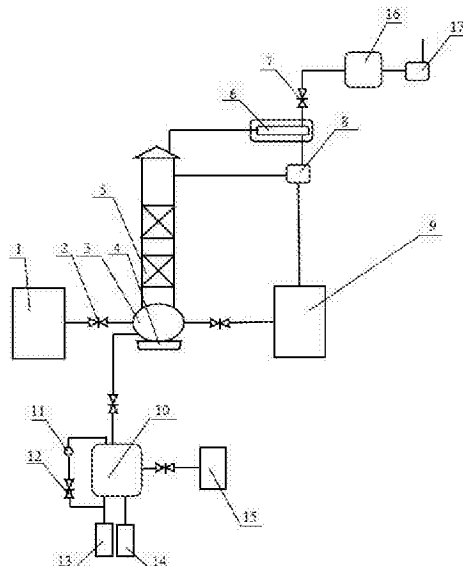
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种苯酚残液中回收 α -甲基苯乙烯生产工艺

(57)摘要

本发明属于环保化工领域,尤其涉及一种苯酚残液中回收 α -甲基苯乙烯的生产工艺,由原料贮存罐、输送泵、塔底釜、电加热器、精馏塔、冷凝器、真空泵、回流比控制器、收集罐、强制混合器、静止混合器、压力泵、乳化剂储存罐、燃料油储存罐、乳化燃料油收集罐、深冷装置、活性炭吸附装置组成;主要分为精馏分离、废气处理、残渣再利用的工艺过程。



1. 一种苯酚残液中回收 α -甲基苯乙烯的生产工艺, 由原料贮存罐、输送泵、塔底釜、电加热器、精馏塔、冷凝器、真空泵、回流比控制器、收集罐、强制混合器、静止混合器、压力泵、乳化剂贮存罐、燃料油贮存罐、乳化燃料油收集罐、深冷装置、活性炭吸附装置组成; 主要分为精馏分离、废气处理、残渣再利用的工艺过程, 其工艺过程如下:

(1) 精馏分离时将塔底釜加热到 145°C , 塔顶温度为 95°C , 使得 α -甲基苯乙烯分离出来; 此过程中利用真空泵使装置内保持 -0.09MPa 的真空度;

(2) 废气依次通过深冷装置和活性炭吸附装置, 深冷装置设定温度在 -10°C ;

(3) 将精馏后的残渣与燃料油、乳化剂通过强制混合器进行强制混合, 混合时间为 20min , 温度为 70°C ; 混合完之后进入静止混合器中。

一种苯酚残液中回收 α -甲基苯乙烯生产工艺

技术领域

[0001] 本发明属于环保化工领域,尤其涉及一种苯酚残液中回收 α -甲基苯乙烯的生产工艺。

背景技术

[0002] 苯酚残液是指异丙苯氧化法制苯酚生产过程中,分离出苯酚后剩下的部分混合物;其主要成分有 α -甲基苯乙烯、对二甲苯、异丙苯、苯酚、苯乙酮等,其中 α -甲基苯乙烯最多。苯乙酮用于制香皂和香烟,也用作纤维素酯和树脂等的溶剂和塑料工业生产中的增塑剂等。可由苯与乙酸酐反应制得,或由乙苯氧化制得,也可用乙酰氯与苯在三氯化铝作用下经傅氏反应制得;异丙苯是一种无色有特殊芳香气味的液体。主要用作生产苯酚和丙酮、 α -甲基苯乙烯等,也可用作有机合成原料和提高发动机燃料辛烷值的添加剂,是重要的工业原料。工业上,异丙苯主要以苯和丙烯作为原料,在催化剂的作用下经烷基化反应制备。传统方法制备异丙苯,虽可大量生产,但是因催化剂的不同选择,会引起设备腐蚀,生产环境污染严重,甚至造成异丙苯的纯度不高等一系列问题。同时,生产过程繁琐,生产结构复杂; α -甲基苯乙烯又叫做 α -苯基乙烯或苯基异丙烯,在外观上是一种无色或浅黄色的透明液体,常用作聚合反应生产胶黏剂基料的单体或改性单体,为合成树脂及塑料的重要单体之一,也是聚酯树脂、醇酸树脂及ABS树脂的改性剂。还可用于生产涂料、增塑剂等,是一种重要的化工原料。因此从苯酚残液中回收有用物质是十分必要的,有利于资源回收和环境保护。

[0003] 根据对比文献,原有苯酚残液的再利用只回收了苯酚和苯乙酮两种有用组分的物质,并且回收过程需添加催化剂和高温溶剂油,而本工艺方法无需催化剂且工艺操作简单,可回收除苯酚、苯乙酮以外的 α -甲基苯乙烯,且纯度很高。

[0004] 对比文献:发明授权:一种从苯酚焦油中回收苯酚和苯乙酮的方法,2012101176825;苯酚焦油精制对枯基苯酚的方法和装置,2012103221007。

发明内容

[0005] 一种苯酚残液中回收 α -甲基苯乙烯的生产工艺,由原料贮存罐、输送泵、塔底釜、电加热器、精馏塔、冷凝器、真空泵、回流比控制器、收集罐、强制混合器、静止混合器、压力泵、乳化剂储存罐、燃料油储存罐、乳化燃料油收集罐、深冷装置、活性炭吸附装置组成;主要分为精馏分离、废气处理、残渣再利用的工艺过程。

[0006] (1)精馏分离:将原料罐中的苯酚残液泵送到塔底釜中,将塔底釜加热到 $140^{\circ}\text{C}\sim 150^{\circ}\text{C}$,塔顶温度为 $90^{\circ}\text{C}\sim 100^{\circ}\text{C}$,使得 α -甲基苯乙烯分离出来,经过冷凝器降温后,通过回流比控制器后分别以5:1的比例输送至反应塔和收集罐中;此过程中利用真空泵使装置内保持-0.09真空度,提高气体流转速度;

(2)废气处理:在精馏分离过程中使用真空泵使其保持负压,然抽取的气体需处理后方可排放,将抽取的废气依次通过深冷装置和活性炭吸附装置,深冷装置设定温度在 -10°C 左

右将部分废气变为废液收集采出,可重新进行精馏分离;剩余废气将通过活性炭吸附装置进行吸附后方可排入大气中;

(3)残渣再利用:将精馏后的残渣与燃料油、乳化剂分别通过输送泵打进强制混合器进行强制混合,混合完之后进入静止混合器中,混合时间为15~30min,温度为60~80℃;通过压力泵强制循环,最后由输送泵将乳化燃料油打进静止混合器再到乳化燃料油储存罐。

[0007] 图1为苯酚残液回收 α -甲基苯乙烯装置的结构示意图;

图中1为原料贮存罐,2为输送泵,3为塔底釜,4为电加热器,5为精馏塔,6为冷凝器,7为真空泵,8为回流比控制器,9为收集罐,10为强制混合器,11为静止混合器,12为压力泵,13为乳化剂储存罐,14为燃料油储存罐,15为乳化燃料油收集罐,16为深冷装置,17为活性炭吸附装置。

具体实施方式

[0008] 一种苯酚残液中回收 α -甲基苯乙烯的生产工艺,由原料贮存罐、输送泵、塔底釜、电加热器、精馏塔、冷凝器、真空泵、回流比控制器、收集罐、强制混合器、静止混合器、压力泵、乳化剂储存罐、燃料油储存罐、乳化燃料油收集罐、深冷装置、活性炭吸附装置组成;主要分为精馏分离、废气处理、残渣再利用的工艺过程。

[0009] (1)精馏分离:将原料罐中的苯酚残液泵送到塔底釜中,将塔底釜加热到140℃~150℃,塔顶温度为90℃~100℃,使得 α -甲基苯乙烯分离出来,经过冷凝器降温后,通过回流比控制器后分别以5:1的比例输送至反应塔和收集罐中;此过程中利用真空泵使装置内保持-0.09真空度,提高气体流转速度;

(2)废气处理:在精馏分离过程中使用真空泵使其保持负压,然抽取的气体需处理后方可排放,将抽取的废气依次通过深冷装置和活性炭吸附装置,深冷装置设定温度在-10℃左右将部分废气变为废液收集采出,可重新进行精馏分离;剩余废气将通过活性炭吸附装置进行吸附后方可排入大气中;

(3)残渣再利用:将精馏后的残渣与燃料油、乳化剂分别通过输送泵打进强制混合器进行强制混合,混合时间为15~30min,温度为60~80℃;混合完之后进入静止混合器中,通过压力泵强制循环,最后由输送泵将乳化燃料油打进静止混合器再到乳化燃料油储存罐。

[0010] 经过上述过程,获得 α -甲基苯乙烯,其数据如下:

表1为回收 α -甲基苯乙烯的分析结果表

峰号	组分	峰高 (uV)	保留时间 (min)	峰面积 (*#)	面积%	含量%
1		15	0.173	44	0.00302	0.00302
2		31	0.321	62	0.00421	0.00421
3		24	0.611	58	0.00397	0.00397
4		690	3.199	1556	0.1059	0.1059
5		54	3.45	119	0.00811	0.00811
6		29	3.645	73	0.00494	0.00494
7		739	3.876	2107	0.14341	0.14341
8		45	4.08	62	0.00423	0.00423
9		458802	4.37	1462293	99.5265	99.5265

10		697	4.679	1872	0.12744	0.12744
11		29	7.337	129	0.00878	0.00878
12		12	7.837	33	0.00228	0.00228
13		47	9.256	368	0.02505	0.02505
14		34	9.617	196	0.01332	0.01332

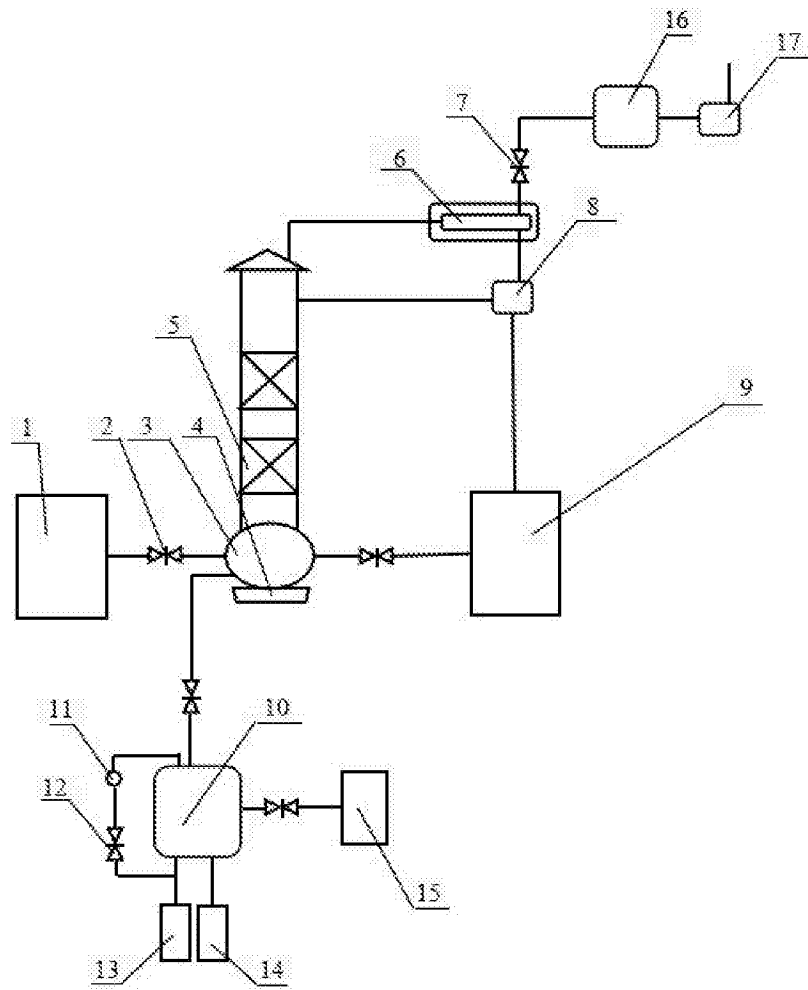


图1