



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109516902 A

(43)申请公布日 2019.03.26

(21)申请号 201910052686.1

(22)申请日 2019.01.21

(71)申请人 中信国安化工有限公司

地址 274500 山东省菏泽市东明县工程塑料化工产业园

(72)发明人 侯福顺 马相亭 张永魁 乔天培
刘亚军 王文超

(74)专利代理机构 济南泉城专利商标事务所
37218

代理人 张贵宾

(51)Int.Cl.

C07C 41/58(2006.01)

C07C 43/30(2006.01)

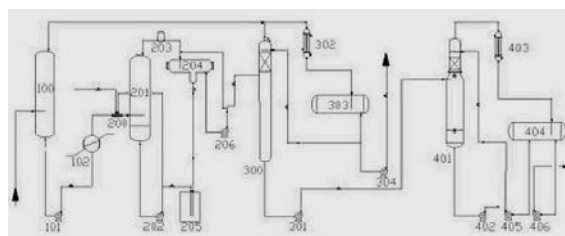
权利要求书2页 说明书4页 附图1页

(54)发明名称

一种DMMn的生产设备及方法

(57)摘要

本发明涉及煤化工向石油化工转化的精细化工领域,特别涉及一种DMMn的生产设备及方法。该DMMn的生产设备,包括初级闪蒸系统、碱洗系统和粗DMMn精馏系统,所述初级闪蒸系统包括闪蒸罐、闪蒸出料冷却器;所述碱洗系统包括进料混合器与碱洗罐、碱洗罐顶受液罐、聚结器和废碱液罐,所述精馏系统包括精馏1塔和精馏2塔。本发明的有益效果是:有效去除水分,提高产品质量,操作平稳,节能环保。



1. 一种DMMn的生产设备,包括包括初级闪蒸系统、碱洗系统和粗DMMn精馏系统,所述初级闪蒸系统包括闪蒸罐(100)、闪蒸出料冷却器(102);所述碱洗系统包括进料混合器(200)、碱洗罐(201)、碱洗罐顶受液罐(204)、聚结器(203)和废碱液罐(205),所述精馏系统包括精馏1塔(300)和精馏2塔(401)。

2. 根据权利要求1所述的DMMn的生产设备,其特征是:所述碱洗系统中进料混合器(200)设置于碱洗罐(201)之前,所述碱洗罐(201)设置于进料混合器(200)与碱洗罐顶受液罐(204)之间,所述碱洗罐顶受液罐(204)设置于碱洗罐(201)与废碱液罐(205)之间,所述聚结器(203)设置于碱洗罐(201)与碱洗罐顶受液罐(204)之间,废碱液罐(205)设置于碱洗罐顶受液罐(204)之后。

3. 根据权利要求2所述的DMMn的生产设备,其特征是:所述碱洗罐(201)底出料分为两路,一路连接进料混合器(200)的支口,另一路连接废碱液罐(205),进料混合器(200)支口与补碱线连接,碱洗罐(201)顶出料与聚结器(203)相连接,所述聚结器(203)与碱洗罐顶受液罐(204)连接。

4. 根据权利要求2所述的DMMn的生产设备,其特征是:所述碱洗顶受液罐(204)分水包与废碱液罐(205)连接,所述碱洗罐顶受液罐(204)底出料与精馏塔相连接,所述碱洗罐(201)与废碱液罐(205)之间设有废碱液循环出料泵(202),碱洗罐顶受液罐(204)下方连接碱洗罐顶受液罐出料泵(206)。

5. 根据权利要求1所述的DMMn的生产设备,其特征是:所述精馏1塔(300)在碱洗罐顶受液罐(204)与精馏2塔(401)之间,精馏1塔(300)进料与碱洗罐顶受液罐(204)出料相连接,所述精馏1塔(300)顶气相与精馏1塔顶冷凝器(302)进口相连接,精馏1塔顶冷凝器(302)出口与精馏1塔顶受液罐(303)相连接,精馏1塔(300)底出料与精馏2塔(401)相连接,精馏1塔顶受液罐(303)出料与原料回收相连接,精馏1塔顶受液罐(303)下方设有精馏1塔顶受液罐出料泵(304)。

6. 根据权利要求1所述的DMMn的生产设备,其特征是:所述精馏2塔(401)进料口与精馏1塔(300)塔釜出料通过精馏1塔底出料泵(301)相连接,精馏2塔(401)顶气相与精馏2塔顶冷凝器(403)进口相连接,精馏2塔顶冷凝器(403)出口与精馏2塔顶受液罐(404)相连接,精馏2塔顶受液罐(404)出料与原料回收相连接,精馏2塔(401)与产品塔进料相连接,精馏2塔(401)下方设有精馏2塔塔釜出料泵(402),精馏2塔(401)上方与精馏2塔顶受液罐(404)之间设有精馏2塔回流泵(405),精馏2塔顶受液罐(404)下方设有精馏2塔顶出料泵(406)。

7. 根据权利要求1所述的DMMn的生产设备,其特征是:所述闪蒸罐(100)设置于反应出料之后,所述闪蒸罐出料冷却器(102)设置在闪蒸罐(100)与进料混合器(200)之间,闪蒸罐(100)进料与闪蒸罐出料冷却器(102)进口通过闪蒸罐出料泵(101)相连接,所述闪蒸罐出料冷却器(102)出口与碱洗罐进料混合器(200)相连接。

8. 一种权利要求1所述的DMMn的生产方法,其特征是:包括以下步骤:

(1) 自反应器的物料经闪蒸罐(100)闪蒸后,顶部气相进入轻组分回收,底部物料经闪蒸罐出料泵(101)后经闪蒸罐出料冷却器(102)冷却至40℃,再经进料混合器(200)后送至碱洗罐(201);

(2) 将来自闪蒸罐(100)底出料与碱液通过混合器按一定的比例均匀混合,底部废碱液通过废碱液循环出料泵(202)送至废碱液罐(205),顶部出料经聚结器(203)脱水至碱洗罐

顶受液罐(204)；

(3) 碱洗罐顶受液罐(204)内物料经沉降后,通过分水包将水分排至废碱液罐(205),进一步脱除水分,脱完水分的物料送至精馏塔；

(4) 来自碱洗罐顶受液罐(204)的物料通过精馏1塔(300)精馏,顶部DMM₁去甲缩醛回收,底部粗DMM_n去精馏2塔(401),塔底温度控制在100℃；

(5) 自精馏1塔(300)塔釜出料进入精馏2塔(401),顶部DMM₁去甲缩醛回收,底部粗醇醚去后部产品塔继续分离提纯,塔底温度控制在120℃。

一种DMMn的生产设备及方法

[0001] (一)技术领域

本发明涉及煤化工向石油化工转化的精细化工领域,特别涉及一种DMMn的生产设备及方法。

[0002] (二)背景技术

中信国安化工有限公司的醇醚燃料试验装置,主要用于生产醇醚燃料(DMMn)产品,同时也可生产甲缩醛、三聚甲醛等副产品,设计能力为5万吨/年,操作弹性为70~110%。本装置主要包括甲醛制备单元、甲缩醛制备单元、三聚甲醛合成单元和醇醚燃料合成单元。

[0003] 甲醛制备单元以甲醇做为原料,生产甲醛。甲醇与氧气在银催化剂和650℃高温下发生脱氢、氧化反应生成甲醛混合气,再经过吸收,生成高浓度的甲醛溶液。

[0004] 甲缩醛单元以甲醇和甲醛做为原料,在固体酸催化剂的作用下,通过加成、脱水反应合成甲缩醛,然后再通过闪蒸、精馏等工序,精制得到高浓度的甲缩醛产品。

[0005] 三聚甲醛合成单元是以制甲醛单元生产的甲醛为原料,在离子液体催化剂的作用下进行TOX合成反应,生成TOX反应气,由于合成反应是平衡反应,生成的TOX反应气中TOX浓度低,反应气需经过浓缩、萃取、碱洗、水洗、与萃取剂分离等一系列精制过程,最终得到高浓度的三聚甲醛产品。

[0006] 醇醚燃料合成单元是以甲缩醛和三聚甲醛为原料,采用中国科学院兰州化学物理研究所最新开发的新型固体催化剂,在一定温度和压力下反应,生成醇醚燃料,然后再经过与反应物分离,脱酸、轻组分回收等操作,得到高纯度的醇醚燃料产品。

[0007] 醇醚燃料是一类物质的通称,其简式可以表示为: $\text{CH}_3\text{O}(\text{CH}_2\text{O})_n\text{CH}_3$ (n 为大于等于1的整数),其中具有应用意义的 n 取值范围为: $1 \leq n \leq 8$ 。醇醚车间生产的醇醚产品有两个,分别是DMM₂和DMM_n,其中DMM₂年产量20132吨,DMM_n年产量29940吨。

[0008] (三)发明内容

本发明为了弥补现有技术的不足,提供了一种提高产品纯度、环保节能的DMMn的生产设备及方法。

[0009] 本发明是通过如下技术方案实现的:

一种DMMn的生产设备,包括初级闪蒸系统、碱洗系统和粗DMMn精馏系统,所述初级闪蒸系统包括闪蒸罐、闪蒸出料冷却器;所述碱洗系统包括进料混合器与碱洗罐、碱洗罐顶受液罐、聚结器和废碱液罐,所述精馏系统包括精馏1塔和精馏2塔。

[0010] 所述碱洗系统中进料混合器设置于碱洗罐之前,所述碱洗罐设置于进料混合器与碱洗罐顶受液罐之间,所述碱洗罐顶受液罐设置于碱洗罐与废碱液罐之间,所述聚结器设置于碱洗罐与碱洗罐顶受液罐之间,废碱液罐设置于碱洗罐顶受液罐之后。

[0011] 所述碱洗罐底出料分为两路,一路连接配碱进料混合器的支口,另一路连接废碱液罐,配碱进料混合器支口与补碱线连接,碱洗罐顶出料与聚结器相连接,所述聚结器与碱洗罐顶受液罐连接。

[0012] 所述碱洗顶受液罐分水包与废碱液罐连接,所述碱洗顶受液罐底出料与精馏塔相连接,所述碱洗罐与废碱液罐之间设有碱洗罐循环出料泵,碱洗罐顶受液罐下方连接碱洗

罐顶受液罐出料泵。

[0013] 所述精馏1塔在碱洗罐顶受液罐与精馏2塔之间,精馏1塔进料与碱洗罐顶受液罐出料相连接,所述精馏1塔顶气相与精馏1塔顶冷凝器进口相连接,精馏1塔顶冷凝器出口与精馏1塔顶受液罐相连接,精馏1塔底出料与精馏2塔相连接,精馏1塔顶受液罐出料与原料回收相连接,精馏1塔顶受液罐下方设有精馏1塔顶受液罐出料泵。

[0014] 所述精馏2塔进料口与精馏1塔塔釜出料通过精馏1塔底出料泵相连接,精馏2塔顶气相与精馏2塔顶冷凝器进口相连接,精馏2塔顶冷凝器出口与精馏2塔顶受液罐相连接,精馏2塔顶受液罐出料与原料回收相连接,精馏2塔与产品塔进料相连接,精馏2塔下方设有精馏2塔塔釜出料泵,精馏2塔上方与精馏2塔顶受液罐之间设有精馏2塔回流泵,精馏2塔顶受液罐下方设有精馏2塔顶出料泵。

[0015] 所述闪蒸罐设置于反应出料之后,所述闪蒸出料冷却器设置在闪蒸罐与进料混合器之间,闪蒸罐进料与闪蒸罐出料冷却器进口通过闪蒸罐出料泵相连接,所述闪蒸罐出料冷却器出口与碱洗罐进料混合器相连接。

[0016] 一种DMMn的生产方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 自反应器的物料经闪蒸罐闪蒸后,顶部气相进入轻组分回收,底部物料经闪蒸罐出料泵后经闪蒸罐出料冷却器冷却至40℃,再经进料混合器后送至碱洗罐;

(2) 将来自闪蒸罐底出料与碱液通过混合器按一定的比例均匀混合,底部废碱液通过废碱液循环出料泵送至废碱液罐,顶部出料经聚结器脱水至碱洗罐顶受液罐;

(3) 碱洗罐顶受液罐内物料经沉降后,通过分水包将水分排至废碱液罐,进一步脱除水分,脱完水分的物料送至精馏塔;

(4) 来自碱洗罐顶受液罐的物料通过精馏1塔精馏,顶部DMM₁去甲缩醛回收,底部粗DMMn去精馏2塔,塔底温度控制在100℃;

(5) 自精馏1塔塔釜出料进入精馏2塔,顶部DMM₁去甲缩醛回收,底部粗醇醚去后部产品塔继续分离提纯,塔底温度控制在120℃。

[0017] 本发明的有益效果是:能够将反应物料通过碱洗、沉降后含有的2%左右的水分有效去除,进一步提高了产品质量,在防止含水物料在后续的精馏系统过程中发生水解变质的同时延长后续系统吸附剂的使用寿命,实现节能降耗;反应器出料通过加碱中和,同时沉降脱水。此过程中碱液与甲醛反应生成甲酸与水,降低和抑制了甲醛的产生。此方法既降低了甲醛产生堵塞管道的风险,同时降低了固碱的使用的繁琐性,使得生产操作更加平稳,产品纯度更高,性质更加稳定,更加环保友好。

[0018] (四)附图说明

下面结合附图对本发明作进一步的说明。

[0019] 附图1为本发明的工艺装置结构示意图;

图中,100闪蒸罐,101闪蒸罐出料泵,102闪蒸罐出料冷却器,200进料混合器,201碱洗罐,202废碱液循环出料泵,203聚结器,204碱洗罐顶受液罐,205废碱液罐,206碱洗罐顶受液罐出料泵,207废碱液泵,300精馏1塔,301精馏1塔底出料泵,302精馏1塔顶冷凝器,303精馏1塔顶受液罐,304精馏1塔顶受液罐出料泵,401精馏2塔,402精馏2塔塔釜出料泵,403精馏2塔顶冷凝器,404精馏2塔顶受液罐,405精馏2塔回流泵,406精馏2塔顶出料泵。

[0020] (五)具体实施方式

附图为本发明的一种具体实施例。该实施例中DMMn的生产设备,包括初级闪蒸系统、碱洗系统和粗DMMn精馏系统,初级闪蒸系统包括闪蒸罐100、闪蒸出料冷却器102;碱洗系统包括进料混合器200、碱洗罐201、碱洗罐顶受液罐204、聚结器203和废碱液罐205,精馏系统包括精馏1塔300和精馏2塔401。

[0021] 碱洗系统中进料混合器200设置于碱洗罐201之前,碱洗罐201设置于进料混合器200与碱洗罐顶受液罐204之间,碱洗罐顶受液罐204设置于碱洗罐201与废碱液罐205之间,所述聚结器203设置于碱洗罐201与碱洗罐顶受液罐204之间,废碱液罐205设置于碱洗罐顶受液罐204之后。碱洗罐201底出料分为两路,一路连接进料混合器200的支口,另一路连接废碱液罐205,进料混合器200支口与补碱线连接,碱洗罐201顶出料与聚结器203相连接,聚结器203与碱洗罐顶受液罐204连接。碱洗顶受液罐204分水包与废碱液罐205连接,所述碱洗罐顶受液罐204底出料与精馏塔相连接,所述碱洗罐201与废碱液罐205之间设有废碱液循环出料泵202,碱洗罐顶受液罐204下方连接碱洗罐顶受液罐出料泵206。

[0022] 精馏1塔300在碱洗罐顶受液罐204与精馏2塔401之间,精馏1塔300进料与碱洗罐顶受液罐204出料相连接,所述精馏1塔300顶气相与精馏1塔顶冷凝器302进口相连接,精馏1塔顶冷凝器302出口与精馏1塔顶受液罐303相连接,精馏1塔300底出料与精馏2塔401相连接,精馏1塔顶受液罐303出料与原料回收相连接,精馏1塔顶受液罐303下方设有精馏1塔顶受液罐出料泵304。精馏2塔401进料口与精馏1塔300塔釜出料通过精馏1塔底出料泵301相连接,精馏2塔401顶气相与精馏2塔顶冷凝器403进口相连接,精馏2塔顶冷凝器403出口与精馏2塔顶受液罐404相连接,精馏2塔顶受液罐404出料与原料回收相连接,精馏2塔401与产品塔进料相连接,精馏2塔401下方设有精馏2塔塔釜出料泵402,精馏2塔401上方与精馏2塔顶受液罐404之间设有精馏2塔回流泵405,精馏2塔顶受液罐404下方设有精馏2塔顶出料泵406。

[0023] 闪蒸罐100设置于反应出料之后,闪蒸罐出料冷却器102设置在闪蒸罐100与进料混合器200之间,闪蒸罐100进料与闪蒸罐出料冷却器102进口通过闪蒸罐出料泵101相连接,闪蒸罐出料冷却器102出口与碱洗罐进料混合器200相连接。

[0024] 该实施例中DMMn的生产方法,包括以下步骤:

(1) 自反应器的物料(粗醇醚:DMM₂₋₁₀、甲醛、甲酸、水、DMM₁和TOX)经闪蒸罐100闪蒸后,顶部气相(粗DMM₁)进入轻组分回收,底部物料(粗醇醚:DMM₂₋₁₀、甲醛、甲酸、水、DMM₁和TOX)经闪蒸罐出料泵101后经闪蒸罐出料冷却器102冷却至40℃,再经进料混合器200后送至碱洗罐201;

(2) 将来自闪蒸罐100底出料(粗醇醚:DMM₂₋₁₀、甲醛、甲酸、水、DMM₁和TOX)与碱液通过混合器按一定的比例均匀混合,底部废碱液通过废碱液循环出料泵202送至废碱液罐205,顶部出料(粗醇醚:DMM₂₋₁₀、水、DMM₁和TOX)经聚结器203脱水至碱洗罐顶受液罐204;

(3) 碱洗罐顶受液罐204内物料(粗醇醚:DMM₂₋₁₀、水、DMM₁和TOX)经沉降后,通过分水包将水分排至废碱液罐205,进一步脱除水分,脱完水分的物料(粗醇醚:DMM₂₋₁₀、水、DMM₁和TOX)送至精馏塔;

(4) 来自碱洗罐顶受液罐204的物料(粗醇醚:DMM₂₋₁₀、水、DMM₁和TOX)通过精馏1塔300精馏,顶部DMM₁去甲缩醛回收,底部粗DMMn去精馏2塔401,塔底温度控制在100℃;

(5) 自精馏1塔300塔釜出料(粗醇醚:DMM₂₋₁₀、水、DMM₁和TOX)进入精馏2塔401,顶部DMM₁

去甲缩醛回收,底部粗醇醚(DMM₂₋₁₀和TOX)去后部产品塔继续分离提纯,塔底温度控制在120℃。

[0025] 工作时,密切注意闪蒸罐100的液位计压力,不得超压,且出料冷却器出口温度不宜高于50℃,碱洗罐201进料温度不宜高于50℃,碱洗罐201进料前应先建立一定的液位,开启碱液循环,进料后碱液保持一定范围内碱液浓度,及时排出低浓度碱,补充浓碱,聚结器203滤芯压差大于0.1MPa时,切换备用聚结器,分水包界位不高于50%,务必保证精馏1塔300分离效果,控制精馏1塔300塔釜温度100℃,保证精馏2塔401中DMM₁的分离效果,控制精馏2塔401的塔釜温度120℃。

[0026] 采用本发明的DMMn的生产设备及方法,能够将反应物料通过碱洗、沉降后含有的2%左右的水分有效去除,进一步提高了产品质量,在防止含水物料在后续的精馏系统过程中发生水解变质的同时延长后续系统吸附剂的使用寿命,实现节能降耗;反应器出料通过加碱中和,同时沉降脱水。此过程中碱液与甲醛反应生成甲酸与水,降低和抑制了甲醛的产生。此方法既降低了甲醛产生堵塞管道的风险,同时降低了固碱的使用的繁琐性,使得生产操作更加平稳,产品纯度更高,性质更加稳定,更加环保友好。

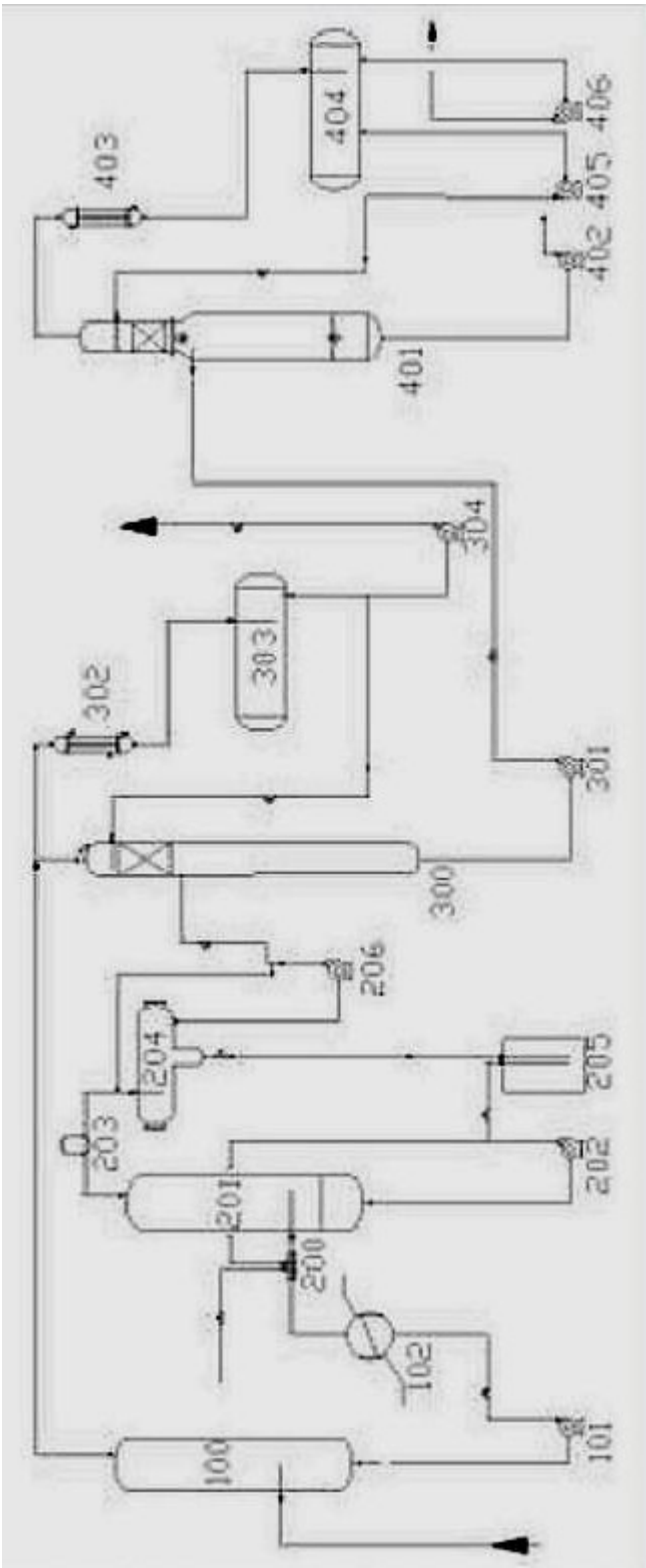


图1