



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110330256 A

(43)申请公布日 2019.10.15

(21)申请号 201910225336.0

(22)申请日 2019.03.25

(71)申请人 华颢控股(集团)有限公司

地址 200000 上海市嘉定区真南路4268号2
幢J498室

(72)发明人 高俊 徐蔚 徐少华

(74)专利代理机构 北京盛凡智荣知识产权代理
有限公司 11616

代理人 许羽冬

(51)Int.Cl.

C04B 24/22(2006.01)

C02F 1/26(2006.01)

C08G 16/02(2006.01)

C04B 103/30(2006.01)

C04B 103/40(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

一种改进T酸废水萃取工艺以及改性萘系分散剂或萘系减水剂的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种改进T酸废水萃取工艺以及改性萘系分散剂或萘系减水剂的制备方法,其中T酸废水萃取工艺对T酸废水使用浓硫酸调节pH值,并通过萃取剂进行废T酸络合物的萃取,后续通过反萃取剂进行反萃取,获得硫酸钠含量低于10%以下的废T酸碱性液体和回收萃取剂;回收萃取剂可重复用于T酸废水萃取工艺,而废T酸碱性液体就可用于下述的改性萘系分散剂或萘系减水剂的制备;改性萘系分散剂或萘系减水剂的制备对萘或甲基萘发生磺化反应,加入废T酸碱性液体发生水解反应,滴加入甲醛进行缩合反应,最终获得固含量为30~50%的改性萘系分散剂或萘系减水剂液体产品。

1. 一种T酸废水萃取工艺,其特征在于,包括以下几个步骤:

S1、在反应器中,加入T酸废水2500~3000份,用浓硫酸50~150份调节体系pH,将体系pH调节至1.3~1.7;

S2、加入萃取剂3500~4000份,混合,静置;

S3、分离出含无机盐的液体和废T酸络合物,完成萃取,获得废T酸络合物;

S4、制备反萃取剂350~450份,将50~70份的反萃取剂以及同等分量的水加入废T酸络合物中,混合,静置,分离硫酸钠的液体;

S5、将剩余的反萃取剂继续加入,混合,静置,分离硫酸钠含量低于10%以下的废T酸碱性液体和回收萃取剂。

2. 根据权利要求1所述的一种T酸废水萃取工艺,其特征在于:所述步骤S2中,萃取剂由三辛胺、磺化煤油和正辛醇组成。

3. 根据权利要求1所述的一种T酸废水萃取工艺,其特征在于:所述步骤S3中,无机盐的液体通过三效蒸发或MVR蒸发得到无机盐结晶。

4. 根据权利要求1所述的一种T酸废水萃取工艺,其特征在于:所述步骤S4中,反萃取剂由氢氧化钠和水组成。

5. 一种改性萘系分散剂或萘系减水剂的制备方法,其特征在于,包括以下几个步骤:

S1、向反应釜中加入萘或甲基萘100~150份,升温至130~170℃,获得反应液一;

S2、向反应液一中加入滴加入浓硫酸100~150份,控温至130~170℃,滴加入完毕,进行磺化反应,获得反应物二;

S3、向反应物二中滴加入上述废T酸碱性液体50~150份,降温至100~130℃,维持水解反应,获得反应物三;

S4、向反应物三中滴加入37%甲醛50~150份,控温至80~100℃,滴加入完毕,升温至100~110℃,进行缩合反应;

S5、加入水、生石灰或熟石灰、烧碱,进行中和反应并且去除体系中的硫酸钠,获得固含量为30~50%的改性萘系分散剂或萘系减水剂液体产品,经喷塔干燥得到一种改性萘系分散剂或萘系减水剂粉状产品。

6. 根据权利要求5所述的改性萘系分散剂或萘系减水剂的制备方法,其特征在于:所述步骤S2中,磺化反应时间为1~6小时。

7. 根据权利要求5所述的改性萘系分散剂或萘系减水剂的制备方法,其特征在于:所述步骤S3中,水解反应时间为1~4小时。

8. 根据权利要求5所述的改性萘系分散剂或萘系减水剂的制备方法,其特征在于:所述步骤S4中,缩合反应时间为3~7小时。

一种改进T酸废水萃取工艺以及改性萘系分散剂或萘系减水剂的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及废水处理技术领域,具体为一种改进T酸废水萃取工艺以及改性萘系分散剂或萘系减水剂的制备方法。

背景技术

[0002] H酸中间体是活性染料、酸性染料等染料合成中极其的重要原料,然而其生产过程中,会产生T酸废水和H酸废水,目前的处理方法是传统萃取方法,可以将其里面的有机物高度浓缩在一起,但是由于在萃取与反萃取过程中,仍然会夹带新产生的硫酸钠,且含量较高,一般都超过15%,这种硫酸钠含量较高的有机物会给后续的综合利用带来很大的困难,有人曾经尝试过在萘系分散剂或萘系减水剂制备过程中,在萘系磺化物的缩合反应阶段,将其加入,试图让这些有机物接入萘系分散剂或萘系减水剂分子结构中,但是没有成功,反而影响了萘系分散剂或萘系减水剂的分散性能,其根本原因就是缩合反应过程中,亚甲基只能缩合在这些有机物的氨基上,这样也就等于终止了萘系磺化物分子链的进一步缩合,就会影响到萘系磺化物的正常缩合反应,大大降低了产品的分子量,从而严重影响到产品的分散性能。这就导致了萘系分散剂或萘系减水剂生产企业不愿意使用H酸生产企业提供的废水高度浓缩的有机物。

发明内容

[0003] 本发明的目的在于提供一种改进T酸废水萃取工艺以及改性萘系分散剂或萘系减水剂的制备方法,以解决上述背景技术中提出的问题。

[0004] 为实现上述目的,本发明提供如下技术方案:

[0005] 一种T酸废水萃取工艺,包括以下几个步骤:

[0006] S1、在反应器中,加入T酸废水2500~3000份,用浓硫酸50~150份调节体系pH,将体系pH调节至1.3~1.7;

[0007] S2、加入萃取剂3500~4000份,混合,静置;

[0008] S3、分离出含无机盐的液体和废T酸络合物,完成萃取,获得废T酸络合物;

[0009] S4、制备反萃取剂350~450份,将50~70份的反萃取剂以及同等分量的水加入废T酸络合物中,混合,静置,分离硫酸钠的液体;

[0010] S5、将剩余的反萃取剂继续加入,混合,静置,分离硫酸钠含量低于10%以下的废T酸碱性液体和回收萃取剂。

[0011] 作为本发明一种优选的技术方案,所述步骤S2中,萃取剂由三辛胺、磺化煤油和正辛醇组成。

[0012] 作为本发明一种优选的技术方案,所述步骤S3中,无机盐的液体通过三效蒸发或MVR蒸发得到无机盐结晶。

[0013] 作为本发明一种优选的技术方案,所述步骤S4中,反萃取剂由氢氧化钠和水组成。

[0014] 本发明还提供了一种改性萘系分散剂或萘系减水剂的制备方法,包括以下几个步骤:

[0015] S1、向反应釜中加入萘或甲基萘100~150份,升温至130~170℃,获得反应液一;

[0016] S2、向反应液一中加入滴加入浓硫酸100~150份,控温至130~170℃,滴加入完毕,进行磺化反应,获得反应物二;

[0017] S3、向反应物二中滴加入上述废T酸碱性液体50~150份,降温至100~130℃,维持水解反应,获得反应物三;

[0018] S4、向反应物三中滴加入37%甲醛50~150份,控温至80~100℃,滴加入完毕,升温至100~110℃,进行缩合反应;

[0019] S5、加入水、生石灰或熟石灰、烧碱,进行中和反应并且去除体系中的硫酸钠,获得固含量为30~50%的改性萘系分散剂或萘系减水剂液体产品,经喷塔干燥得到一种改性萘系分散剂或萘系减水剂粉状产品。

[0020] 作为本发明一种优选的技术方案,所述步骤S2中,磺化反应时间为1~6小时。

[0021] 作为本发明一种优选的技术方案,所述步骤S3中,水解反应时间为1~4小时。

[0022] 作为本发明一种优选的技术方案,所述步骤S4中,缩合反应时间为3~7小时。

[0023] 与现有技术相比,本发明的有益效果是:本发明一种改进T酸废水萃取工艺以及改性萘系分散剂或萘系减水剂的制备方法,通过T酸废水在传统反萃取阶段的工艺改进,有效地解决了废T酸碱性液体中硫酸钠含量过高的难题,使得废T酸碱性液体中硫酸钠含量低于10%,为让废T酸碱性液体参与萘系磺化物的水解反应,缩合反应创造了条件;在萘系分散剂或萘系减水剂制备过程中,本发明成功地将硫酸钠含量低于10%以下的废T酸碱性液体参与萘系磺化物的水解反应,使其 α 位上的磺酸基能够被水解下来,使其能够进一步参与后道的缩合反应,并且不影响萘系磺化物缩合反应的正常进行,使其能够像萘磺酸或甲基萘磺酸一样有效地缩合在萘系分散剂或萘系减水剂的分子结构中;从而实现了变废为宝的可持续性生产,真正解决了H酸生产工艺中,所产生的T酸废水可能对环境造成的污染,使得H酸工业化生产得到综合、可持续化的发展。

具体实施方式

[0024] 下面对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0025] 本发明提供一种技术方案:一种T酸废水萃取工艺,包括以下几个步骤:

[0026] S1、在反应器中,加入T酸废水2500~3000份,用浓硫酸50~150份调节体系pH,将体系pH调节至1.3~1.7;

[0027] S2、加入萃取剂3500~4000份,混合,静置;

[0028] S3、分离出含无机盐的液体和废T酸络合物,完成萃取,获得废T酸络合物;

[0029] S4、制备反萃取剂350~450份,将50~70份的反萃取剂以及同等分量的水加入废T酸络合物中,混合,静置,分离硫酸钠的液体;

[0030] S5、将剩余的反萃取剂继续加入,混合,静置,分离硫酸钠含量低于10%以下的废T

酸碱性液体和回收萃取剂。

[0031] 进一步的,所述步骤S2中,萃取剂由三辛胺、磺化煤油和正辛醇组成。

[0032] 进一步的,所述步骤S3中,无机盐的液体通过三效蒸发或MVR蒸发得到无机盐结晶。

[0033] 进一步的,所述步骤S4中,反萃取剂由氢氧化钠和水组成。

[0034] 本发明还提供了一种改性萘系分散剂或萘系减水剂的制备方法,包括以下几个步骤:

[0035] S1、向反应釜中加入萘或甲基萘100~150份,升温至130~170℃,获得反应液一;

[0036] S2、向反应液一中加入滴加入浓硫酸100~150份,控温至130~170℃,滴加入完毕,进行磺化反应,获得反应物二;

[0037] S3、向反应物二中滴加入上述废T酸碱性液体50~150份,降温至100~130℃,维持水解反应,获得反应物三;

[0038] S4、向反应物三中滴加入37%甲醛50~150份,控温至80~100℃,滴加入完毕,升温至100~110℃,进行缩合反应;

[0039] S5、加入水、生石灰或熟石灰、烧碱,进行中和反应并且去除体系中的硫酸钠,获得固含量为30~50%的改性萘系分散剂或萘系减水剂液体产品,经喷塔干燥得到一种改性萘系分散剂或萘系减水剂粉状产品。

[0040] 进一步的,所述步骤S2中,磺化反应时间为1~6小时。

[0041] 进一步的,所述步骤S3中,水解反应时间为1~4小时。

[0042] 进一步的,所述步骤S4中,缩合反应时间为3~7小时,在缩合反应过程中,适量补加些水,以维持体系粘度。

[0043] 实施例1:

[0044] 一种T酸废水萃取工艺,包括如下步骤:

[0045] S1、在反应器中,加入T酸废水2800份,用浓硫酸100份调节体系pH,将体系pH调节至1.5;

[0046] S2、加入萃取剂3750份,混合,静置;

[0047] S3、分离出含无机盐的液体和废T酸络合物,完成萃取,获得废T酸络合物;

[0048] S4、制备反萃取剂400份,将60份的反萃取剂以及同等分量的水加入废T酸络合物中,混合,静置,分离硫酸钠的液体;

[0049] S5、将剩余的反萃取剂继续加入,混合,静置,分离硫酸钠含量低于10%以下的废T酸碱性液体和回收萃取剂。

[0050] 一种改性萘系分散剂或萘系减水剂的制备方法,包括如下步骤:

[0051] S1、向反应釜中加入萘或甲基萘125份,升温至150℃,获得反应液一;

[0052] S2、向反应液一中加入滴加入浓硫酸125份,控温至170℃,滴加入完毕,进行磺化反应,获得反应物二,磺化反应时间为4小时;

[0053] S3、向反应物二中滴加入上述废T酸碱性液体100份,降温至115℃,维持水解反应,获得反应物三,水解反应时间为2.5小时;

[0054] S4、向反应物三中滴加入37%甲醛100份,控温至90℃,滴加入完毕,升温至105℃,进行缩合反应,缩合反应时间为5小时;

[0055] S5、加入水、生石灰或熟石灰、烧碱,进行中和反应并且去除体系中的硫酸钠,获得固含量为30~50%的改性萘系分散剂或萘系减水剂液体产品,经喷塔干燥得到一种改性萘系分散剂或萘系减水剂粉状产品。

[0056] 实施例2:

[0057] 一种T酸废水萃取工艺,包括如下步骤:

[0058] S1、在反应器中,加入T酸废水2950份,用浓硫酸140份调节体系pH,将体系pH调节至1.4;

[0059] S2、加入萃取剂3950份,混合,静置;

[0060] S3、分离出含无机盐的液体和废T酸络合物,完成萃取,获得废T酸络合物;

[0061] S4、制备反萃取剂440份,将65份的反萃取剂以及同等分量的水加入废T酸络合物中,混合,静置,分离硫酸钠的液体;

[0062] S5、将剩余的反萃取剂继续加入,混合,静置,分离硫酸钠含量低于10%以下的废T酸碱性液体和回收萃取剂。

[0063] 一种改性萘系分散剂或萘系减水剂的制备方法,包括如下步骤:

[0064] S1、向反应釜中加入萘或甲基萘145份,升温至165℃,获得反应液一;

[0065] S2、向反应液一中加入滴加入浓硫酸145份,控温至150℃,滴加入完毕,进行磺化反应,获得反应物二,磺化反应时间为5.5小时;

[0066] S3、向反应物二中滴加入上述废T酸碱性液体140份,降温至125℃,维持水解反应,获得反应物三,水解反应时间为3.5小时;

[0067] S4、向反应物三中滴加入37%甲醛130份,控温至95℃,滴加入完毕,升温至110℃,进行缩合反应,缩合反应时间为6.5小时;

[0068] S5、加入水、生石灰或熟石灰、烧碱,进行中和反应并且去除体系中的硫酸钠,获得固含量为30~50%的改性萘系分散剂或萘系减水剂液体产品,经喷塔干燥得到一种改性萘系分散剂或萘系减水剂粉状产品。

[0069] 实施例3:

[0070] 一种T酸废水萃取工艺,包括如下步骤:

[0071] S1、在反应器中,加入T酸废水2550份,用浓硫酸65份调节体系pH,将体系pH调节至1.6;

[0072] S2、加入萃取剂3550份,混合,静置;

[0073] S3、分离出含无机盐的液体和废T酸络合物,完成萃取,获得废T酸络合物;

[0074] S4、制备反萃取剂360份,将55份的反萃取剂以及同等分量的水加入废T酸络合物中,混合,静置,分离硫酸钠的液体;

[0075] S5、将剩余的反萃取剂继续加入,混合,静置,分离硫酸钠含量低于10%以下的废T酸碱性液体和回收萃取剂。

[0076] 一种改性萘系分散剂或萘系减水剂的制备方法,包括如下步骤:

[0077] S1、向反应釜中加入萘或甲基萘105份,升温至135℃,获得反应液一;

[0078] S2、向反应液一中加入滴加入浓硫酸115份,控温至140℃,滴加入完毕,进行磺化反应,获得反应物二,磺化反应时间为2小时;

[0079] S3、向反应物二中滴加入上述废T酸碱性液体65份,降温至125℃,维持水解反应,

获得反应物三,水解反应时间为1.5小时;

[0080] S4、向反应物三中滴加入37%甲醛85份,控温至85℃,滴加入完毕,升温至100℃,进行缩合反应,缩合反应时间为3.5小时;

[0081] S5、加入水、生石灰或熟石灰、烧碱,进行中和反应并且去除体系中的硫酸钠,获得固含量为30~50%的改性萘系分散剂或萘系减水剂液体产品,经喷塔干燥得到一种改性萘系分散剂或萘系减水剂粉状产品。

[0082] 实施例1、实施例2、实施例3三者之间的区别在于三者实验原料份数有所差异,以及在后续实验过程中实验条件有差异。

[0083] 本发明通过T酸废水在传统反萃取阶段的工艺改进,有效地解决了废T酸碱性液体中硫酸钠含量过高的难题,使得废T酸碱性液体中硫酸钠含量低于10%,为让废T酸碱性液体参与萘系磺化物的水解反应,缩合反应创造了条件;在萘系分散剂或萘系减水剂制备过程中,本发明成功地将硫酸钠含量低于10%以下的废T酸碱性液体参与萘系磺化物的水解反应,使其 α 位上的磺酸基能够被水解下来,使其能够进一步参与后道的缩合反应,并且不影响萘系磺化物缩合反应的正常进行,使其能够像萘磺酸或甲基萘磺酸一样有效地缩合在萘系分散剂或萘系减水剂的分子结构中;从而实现了变废为宝的可持续性生产,真正解决了H酸生产工艺中,所产生的T酸废水可能对环境造成的污染,使得H酸工业化生产得到综合、可持续化的发展。

[0084] 尽管已经示出和描述了本发明的实施例,对于本领域的普通技术人员而言,可以理解在不脱离本发明的原理和精神的情况下可以对这些实施例进行多种变化、修改、替换和变型,本发明的范围由所附权利要求及其等同物限定。