



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104817481 A

(43) 申请公布日 2015. 08. 05

(21) 申请号 201510112818. 7

(22) 申请日 2015. 03. 13

(71) 申请人 毛学峰

地址 264000 山东省烟台市芝罘区只楚南路  
4号附2号内7号

(72) 发明人 张燕 毛学峰

(74) 专利代理机构 上海精晟知识产权代理有限  
公司 31253

代理人 胡志强

(51) Int. Cl.

C07C 317/04(2006. 01)

C07C 315/06(2006. 01)

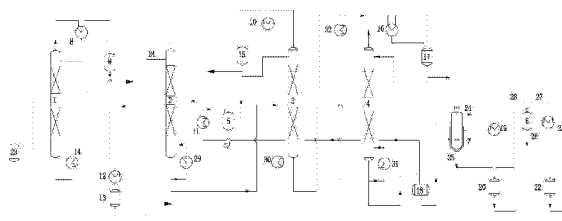
权利要求书2页 说明书7页 附图6页

(54) 发明名称

一种从 DMSO 水溶液中回收 DMSO 的工艺方法

(57) 摘要

本发明涉及一种从 DMSO 水溶液中回收 DMSO 的工艺方法,用以得到高纯度的 DMSO,该工艺为双效耦合四塔精馏工艺,通过一级脱水塔、二级脱水塔及三级脱水塔三级精馏脱水后进入产品塔,产品塔精馏后从产品塔的塔顶冷凝得到 DMSO 产品,产品塔中的物料进入刮板蒸发器及蒸发釜蒸出剩余 DMSO,以提高 DMSO 的收率,其中,一级脱水塔、二级脱水塔、三级脱水塔、产品塔及回收蒸发系统均采用负压工艺操作。本工艺方法可以从 DMSO 水溶液中回收合格的 DMSO,同时,本工艺方法采用负压操作,降低了操作温度,提高装置运行的安全性能,新工艺采用双效耦合操作工艺,充分利用低品位的热量,降低了生产成本,达到了经济节能的目的,经济效益和社会效益显著提高。



1. 一种从 DMSO 水溶液中回收 DMSO 的工艺方法,其特征在于:该工艺为双效耦合四塔精馏工艺,通过一级脱水塔、二级脱水塔及三级脱水塔三级精馏脱水后进入产品塔,产品塔精馏后从产品塔的塔顶冷凝得到 DMSO 产品,产品塔中的物料进入回收蒸发系统蒸出剩余 DMSO,其中,一级脱水塔、二级脱水塔、三级脱水塔、产品塔及回收蒸发系统采用负压操作,该方法包括以下步骤:

a) 将原料罐内的原料加入到一级脱水塔,精馏后,塔顶工艺水蒸汽通过一级脱水塔塔顶的一级脱水塔冷凝器冷凝后进入到一级脱水塔回流罐,然后一部分冷却后的工艺水排出到工艺水系统,另一部分返回至一级脱水塔塔顶回流,精馏后的一级脱水塔塔釜物料采出到二级脱水塔前的强制循环蒸发系统中;

b) 强制循环蒸发系统采用强制循环加热方式,向强制循环蒸发系统中加入第一处理剂,对采出的一级脱水塔塔釜物料强制循环加热,从而使一级脱水塔塔釜物料变成蒸汽进入二级脱水塔;

c) 物料经二级脱水塔精馏后,由二级脱水塔的塔顶采出工艺水蒸汽通过二级脱水塔冷凝器进行冷凝后,进入到二级脱水塔回流罐,然后一部分冷却后的工艺水排出到工艺水系统,另一部分返回至二级脱水塔塔顶完成回流操作,二级脱水塔塔釜物料进入三级脱水塔;

d) 物料经三级脱水塔精馏后,由三级脱水塔的塔顶采出工艺水蒸汽,进入到三级脱水塔冷凝器冷凝后进入到三级脱水塔回流罐,然后一部分冷却后的工艺水排出到工艺水系统,另一部分返回至三级脱水塔塔顶完成回流操作,三级脱水塔塔釜物料进入产品塔;

e) 物料在产品塔中精馏后 DMSO 从产品塔塔顶冷凝采出,含 DMSO 的塔釜重沸物进入回收蒸发系统;

f) 向回收蒸发系统中加入第二处理剂,将 DMSO 加热成蒸汽蒸出来,经过冷凝后,排出至一级脱水塔或二级脱水塔进行循环利用,重沸物从回收蒸发系统中排出。

2. 根据权利要求 1 所述的一种从 DMSO 水溶液中回收 DMSO 的工艺方法,其特征在于,所述一级脱水塔的操作压力为 10-15KPa(A),操作温度为 45-55℃,一级脱水塔塔顶回流比为 0.1-0.8;

所述二级脱水塔的操作压力为 25-35KPa(A),操作温度为 60-125℃,二级脱水塔塔顶回流比为 0.2-1.2;

所述三级脱水塔的操作压力为 10-15KPa(A),操作温度为 45-125℃,三级脱水塔塔顶回流比为 3-6;

所述产品塔的操作压力为 5-12KPa(A),操作温度为 110-127℃,产品塔塔顶回流比为 0.5-1.5。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的一种从 DMSO 水溶液中回收 DMSO 的工艺方法,其特征在于,所述一级脱水塔塔釜物料出料后,在产品塔塔顶的产品塔预热器中和产品塔塔顶蒸汽进行热量交换,预热后进入到强制循环蒸发系统。

4. 根据权利要求 3 所述的一种从 DMSO 水溶液中回收 DMSO 的工艺方法,其特征在于,所述强制循环蒸发系统包括蒸发罐、与蒸发罐连接并形成循环回路的蒸发罐加热器以及用于形成强制循环的强制循环泵,所述蒸发罐顶部设有一个第二处理剂入口,所述蒸发罐内的操作压力为 25-37KPa(A),操作温度 100-127℃。

5. 根据权利要求 2 所述的一种从 DMSO 水溶液中回收 DMSO 的工艺方法,其特征在于,所述二级脱水塔塔顶的工艺水蒸汽进入与一级脱水塔相连通的一级脱水塔再沸器给一级脱水塔塔釜物料加热,从而实现一级脱水塔与二级脱水塔的双效耦合,再进入二级脱水塔冷凝器冷凝排出。

6. 根据权利要求 1 所述的一种从 DMSO 水溶液中回收 DMSO 的工艺方法,其特征在于,所述产品塔与所述回收蒸发系统之间连接有一个高沸中转罐。

7. 根据权利要求 1 或 6 所述的一种从 DMSO 水溶液中回收 DMSO 的工艺方法,其特征在于,所述回收蒸发系统为刮板蒸发器,所述刮板蒸发器顶部设有一个刮板蒸发器气相出口,所述刮板蒸发器气相出口连接有一个刮板蒸发器冷凝器及一个刮板蒸发器接收罐,所述刮板蒸发器底部设有一个刮板蒸发器液相出口。

8. 根据权利要求 1 或 6 所述的一种从 DMSO 水溶液中回收 DMSO 的工艺方法,其特征在于,所述回收蒸发系统为蒸发釜,所述蒸发釜顶部设有一个第二处理剂入口及蒸发釜气相出口,所述蒸发釜气相出口连接有一个蒸发釜冷凝器及一个蒸发釜接收罐,所述蒸发釜底部设有一个蒸发釜液相出口,用以排出重沸物。

9. 根据权利要求 1 或 6 所述的一种从 DMSO 水溶液中回收 DMSO 的工艺方法,其特征在于,所述回收蒸发系统包括刮板蒸发器及蒸发釜,所述刮板蒸发器顶部设有一个刮板蒸发器气相出口,所述刮板蒸发器气相出口连接有一个刮板蒸发器冷凝器及一个刮板蒸发器接收罐,所述刮板蒸发器底部设有一个刮板蒸发器液相出口,所述蒸发釜顶部设有一个第二处理剂入口及蒸发釜气相出口,所述蒸发釜气相出口连接有一个蒸发釜冷凝器及一个蒸发釜接收罐,所述蒸发釜底部设有一个蒸发釜液相出口,用以排出重沸物,所述刮板蒸发器液相出口与所述蒸发釜顶部相连通。

10. 根据权利要求 1 所述的一种从 DMSO 水溶液中回收 DMSO 的工艺方法,其特征在于:所述第一处理剂为任意浓度的碳酸氢钠溶液、碳酸钠溶液或者氢氧化钠溶液;

所述第二处理剂为任意浓度的碳酸氢钠溶液、碳酸钠溶液或者氢氧化钠溶液。

## 一种从 DMSO 水溶液中回收 DMSO 的工艺方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种从 DMSO 水溶液中回收 DMSO 的工艺方法,属于化工材料提纯领域。

### 背景技术

[0002] 二甲基亚砜是一种既溶于水又溶于有机溶剂的极为重要的非质子极性溶剂,广泛的用作溶剂和反应试剂,具有很高的选择抽提能力。化工生产过程中产生的二甲基亚砜工艺水对环境污染很大,将二甲基亚砜回收既经济又环保。

### 发明内容

[0003] 本发明针对现有技术存在的不足,提供一种从工艺废液 DMSO 与水的混合物中回收 DMSO 的工艺方法,得到高纯度的 DMSO,同时采用双效耦合操作工艺,充分利用低品位的热量,降低了生产成本,达到了经济节能的目的。

[0004] 本发明解决上述技术问题的技术方案如下:一种从 DMSO 水溶液中回收 DMSO 的工艺方法,该工艺采用双效耦合四塔工艺,通过一级脱水塔、二级脱水塔及三级脱水塔三级精馏脱水后进入产品塔,产品塔精馏后从产品塔的塔顶冷凝得到 DMSO 产品,产品塔中的物料进入回收蒸发系统蒸出剩余 DMSO,本工艺中,一级脱水塔、二级脱水塔、三级脱水塔、产品塔及回收蒸发系统采用负压操作,该方法包括以下步骤:

[0005] a) 将原料罐内的原料加入到一级脱水塔,精馏后塔顶工艺水蒸汽通过一级脱水塔塔顶的一级脱水塔冷凝器冷凝后进入到一级脱水塔回流罐,然后一部分冷却后的工艺水排出到工艺水系统,另一部分返回至一级脱水塔塔顶回流,进行循环,精馏后的一级脱水塔塔釜物料采出到二级脱水塔前的强制循环蒸发系统中;

[0006] b) 强制循环蒸发系统采用强制循环加热方式,向强制循环蒸发系统中加入第一处理剂,对采出的一级脱水塔塔釜物料强制循环加热,从而使一级脱水塔塔釜物料变成蒸汽进入二级脱水塔;

[0007] c) 物料经二级脱水塔精馏后,由二级脱水塔的塔顶采出的工艺水蒸汽通过二级脱水塔冷凝器进行冷凝后,进入到二级脱水塔回流罐,然后一部分冷却后的工艺水排出到工艺水系统,另一部分返回至二级脱水塔塔顶完成回流操作,二级脱水塔塔釜物料进入三级脱水塔;

[0008] d) 物料经三级脱水塔精馏后,工艺水蒸汽从三级脱水塔的塔顶进入到三级脱水塔冷凝器冷凝后进入到三级脱水塔回流罐,然后一部分冷却后的工艺水排出到工艺水系统,另一部分返回至三级脱水塔塔顶完成回流操作,三级脱水塔塔釜物料进入产品塔;

[0009] e) 物料在产品塔中精馏后 DMSO 从产品塔塔顶冷凝采出,含 DMSO 的塔釜重沸物进入回收蒸发系统;

[0010] f) 向回收蒸发系统中加入第二处理剂,将 DMSO 加热成蒸汽蒸出来,经过冷凝后,排出至一级脱水塔或二级脱水塔进行循环利用,重沸物从回收蒸发系统中排出。

[0011] 作为本发明的进一步优化,所述一级脱水塔的操作压力为 10-15KPa(A),操作温

度为 45-55℃,一级脱水塔塔顶回流比为 0.1-0.8;

[0012] 所述二级脱水塔的操作压力为 25-35KPa(A),操作温度为 60-125℃,二级脱水塔塔顶回流比为 0.2-1;

[0013] 所述三级脱水塔的操作压力为 10-15KPa(A),操作温度为 45-125℃,三级脱水塔塔顶回流比为 3-6;

[0014] 所述产品塔的操作压力为 5-12KPa(A),操作温度为 110-127℃,产品塔塔顶回流比为 0.5-1.5。

[0015] 作为本发明的进一步优化,所述一级脱水塔塔釜物料出料后,在产品塔前的产品塔预热器中和产品塔塔顶蒸汽进行热量交换,预热后进入到强制循环蒸发系统。

[0016] 作为本发明的进一步优化,所述强制循环蒸发系统包括蒸发罐、与蒸发罐连接并形成循环回路的蒸发罐加热器以及用于形成强制循环的强制循环泵,所述蒸发罐顶部设有一个第二处理剂入口,所述蒸发罐内的操作压力为 25-37KPa(A),操作温度 100-127℃。

[0017] 作为本发明的进一步优化,所述二级脱水塔塔顶的工艺水蒸汽进入与一级脱水塔相连通的一级脱水塔再沸器给一级脱水塔塔釜物料加热,从而实现一级脱水塔与二级脱水塔的双效耦合,再进入二级脱水塔冷凝器冷凝排出。

[0018] 作为本发明的进一步优化,所述产品塔与所述回收蒸发系统之间连接有一个高沸中转罐。

[0019] 作为本发明的进一步优化,所述回收蒸发系统为刮板蒸发器,所述刮板蒸发器顶部设有一个刮板蒸发器气相出口,所述刮板蒸发器气相出口连接有一个刮板蒸发器冷凝器及一个刮板蒸发器接收罐,所述刮板蒸发器底部设有一个刮板蒸发器液相出口。

[0020] 作为本发明的进一步优化,所述回收蒸发系统为蒸发釜,所述蒸发釜顶部设有一个第二处理剂入口及蒸发釜气相出口,所述蒸发釜气相出口连接有一个蒸发釜冷凝器及一个蒸发釜接收罐,所述蒸发釜底部设有一个蒸发釜液相出口,用以排出重沸物。

[0021] 作为本发明的进一步优化,所述回收蒸发系统包括刮板蒸发器及蒸发釜,所述回收蒸发系统为刮板蒸发器,所述刮板蒸发器顶部设有一个刮板蒸发器气相出口,所述刮板蒸发器气相出口连接有一个刮板蒸发器冷凝器及一个刮板蒸发器接收罐,所述刮板蒸发器底部设有一个刮板蒸发器液相出口,所述蒸发釜顶部设有一个第二处理剂入口及蒸发釜气相出口,所述蒸发釜气相出口连接有一个蒸发釜冷凝器及一个蒸发釜接收罐,所述蒸发釜底部设有一个蒸发釜液相出口,用以排出重沸物,所述刮板蒸发器液相出口与所述蒸发釜顶部相连通。

[0022] 作为本发明的进一步优化,所述第二处理剂为任意浓度的碳酸钠溶液、碳酸氢钠溶液或者氢氧化钠溶液;

[0023] 作为本发明的进一步优化,所述第二处理剂为任意浓度的碳酸钠溶液、碳酸氢钠溶液或者氢氧化钠溶液。

[0024] 在本发明中,采用的是一种从 DMSO 水溶液中回收 DMSO 的设备,该设备包括一级脱水塔、二级脱水塔、三级脱水塔、产品塔及回收蒸发系统,所述一级脱水塔底部通过在二级脱水塔之前的强制循环系统与所述二级脱水塔相连接,所述二级脱水塔底部与所述三级脱水塔相连接,所述三级脱水塔塔底与所述产品塔相连接,所述产品塔塔底与所述回收蒸发系统相连接,所述一级脱水塔与所述强制循环系统之间设有一个产品塔预热器,所述一级

脱水塔通过所述产品塔预热器与所述强制循环系统相连通,所述产品塔预热器还与所述产品塔顶部相连通。

[0025] 所述强制循环蒸发系统包括蒸发罐、与蒸发罐连接并形成循环回路的蒸发罐加热器以及用于形成强制循环的强制循环泵,所述蒸发罐顶部设有一个第二处理剂入口。

[0026] 所述一级脱水塔、二级脱水塔、三级脱水塔及产品塔的塔顶上各设有一个用于冷却废气的冷凝器及用于储存排放工艺水的回流罐,分别为一级脱水塔冷凝器、一级脱水塔回流罐、二级脱水塔冷凝器、二级脱水塔回流罐、三级脱水塔冷凝器、三级脱水塔回流罐、产品塔冷凝器、产品塔回流罐。

[0027] 所述一级脱水塔、二级脱水塔、三级脱水塔及产品塔的底部各设有一个与底部形成回路的再沸器,分别为一级脱水塔再沸器、二级脱水塔再沸器、三级脱水塔再沸器及产品塔再沸器。

[0028] 所述二级脱水塔顶部与一级脱水塔再沸器相连通并形成双效耦合回路。

[0029] 所述产品塔与所述回收蒸发系统之间连接有一个高沸中转罐。

[0030] 所述回收蒸发系统为刮板蒸发器,所述刮板蒸发器顶部设有一个刮板蒸发器气相出口,所述刮板蒸发器气相出口连接有一个刮板蒸发器冷凝器及一个刮板蒸发器接收罐,所述刮板蒸发器底部设有一个刮板蒸发器液相出口。

[0031] 所述回收蒸发系统为蒸发釜,所述蒸发釜顶部设有一个第二处理剂入口及蒸发釜气相出口,所述蒸发釜气相出口连接有一个蒸发釜冷凝器及一个蒸发釜接收罐,所述蒸发釜底部设有一个蒸发釜液相出口,用以排出重沸物。

[0032] 所述回收蒸发系统包括刮板蒸发器及蒸发釜,所述回收蒸发系统为刮板蒸发器,所述刮板蒸发器顶部设有一个刮板蒸发器气相出口,所述刮板蒸发器气相出口连接有一个刮板蒸发器冷凝器及一个刮板蒸发器接收罐,所述刮板蒸发器底部设有一个刮板蒸发器液相出口,所述蒸发釜顶部设有一个第二处理剂入口及蒸发釜气相出口,所述蒸发釜气相出口连接有一个蒸发釜冷凝器及一个蒸发釜接收罐,所述蒸发釜底部设有一个蒸发釜液相出口,用以排出重沸物,所述刮板蒸发器液相出口与所述蒸发釜顶部相连通。

[0033] 本发明的有益效果是:本发明的工艺方法可以从DMSO水溶液中回收合格的DMSO,同时,本工艺方法采用负压操作,降低了操作温度,提高装置运行的安全性能,降低生产成本,一级脱水塔与二级脱水塔采用双效热耦合的方案,利用二级脱水塔塔顶蒸汽给一级脱水塔加热,完成低品位热量的利用,达到充分利用热量和冷量,经济节能的目的,经济效益和社会效益显著提高。

#### 附图说明

[0034] 图1为本发明实施方式一的结构流程示意图;

[0035] 图2为本发明实施方式二的结构流程示意图;

[0036] 图3为本发明实施方式三的结构流程示意图;

[0037] 图4为本发明实施方式四的结构流程示意图;

[0038] 图5为本发明实施方式五的结构流程示意图;

[0039] 图6为本发明实施方式六的结构流程示意图;

[0040] 其中,1、一级脱水塔;2、二级脱水塔;3、三级脱水塔;4、产品塔;5、蒸发罐;6、蒸

发釜 ;7、刮板蒸发器 ;8、一级脱水塔冷凝器 ;9、一级脱水塔回流罐 ;10、三级脱水塔冷凝器 ;11、蒸发罐加热器 ;12、二级脱水塔冷凝器 ;13、二级脱水塔回流罐 ;14、一级脱水塔再沸器 ;15、三级脱水塔回流罐 ;16、产品塔冷凝器 ;17、产品塔回流罐 ;18、高沸中转罐 ;19、刮板冷凝器 ;20、刮板蒸发器接收罐 ;21、蒸发釜冷凝器 ;22、蒸发釜接收罐 ;23、原料罐 ;24、刮板蒸发器气相出口 ;25、刮板蒸发器液相出口 ;26、蒸发釜液相出口 ;27、蒸发釜气相出口 ;28、处理剂进口 ;29、二级脱水塔再沸器 ;30、三级脱水塔再沸器 ;31、产品塔再沸器 ;32、产品塔预热器 ;33、强制循环泵。

## 具体实施方式

[0041] 以下结合附图对本发明的原理和特征进行描述,所举实例只用于解释本发明,并非用于限定本发明的范围。

[0042] 实施方式一 :

[0043] 如图 1 所示,本实施方式一在负压条件下,将 DMSO 和水的混合物加入一级脱水塔 1,进料组成为 DMSO45% (wt%) 和水 55% (wt%),进料温度为 60℃,一级脱水塔 1 的操作压力为 10-15KPa(A),操作温度为 45-55℃,一级脱水塔 1 塔顶回流比为 0.1-0.8,工艺水蒸汽从一级脱水塔 1 塔顶采出,通过一级脱水塔冷凝器 8 冷凝后采集到一级脱水塔回流罐 9 中,然后一部分冷却后的工艺水排出到工艺水系统,另一部分返回至一级脱水塔 1 塔顶完成回流操作,物料进入到产品塔预热器 32 中,产品塔预热器 32 同时与产品塔 4 的塔顶相连通,物料在产品塔预热器 32 中与产品塔 4 塔顶的蒸汽出料进行热量交换,物料经过预热后,进入到二级脱水塔 2 前的蒸发罐 5 中,向蒸发罐 5 中加入第一处理剂,通过强制循环泵 33 及蒸发罐加热器 11 的作用,对一级脱水塔 1 塔釜物料强制循环加热,从而使一级脱水塔 1 塔釜物料变成气相进入二级脱水塔。

[0044] 蒸发罐 5 内的操作压力为 25-37KPa(A),操作温度 100-127℃。

[0045] 二级脱水塔 2 操作压力为 25-35KPa(A),操作温度为 60-125℃,塔顶回流比为 0.2-1.0,物料经二级脱水塔 2 精馏后工艺水蒸汽由二级脱水塔 2 塔顶采出至二级脱水塔冷凝器 12 进行冷凝,进入二级脱水塔回流罐 13 后,一部分冷却后的工艺水排出到工艺水系统,另一部分返回至二级脱水塔 2 塔顶完成回流操作,二级脱水塔 2 塔釜物料进入三级脱水塔 3,二级脱水塔 2 塔顶的工艺水蒸汽可以进入一级脱水塔再沸器 14 给一级脱水塔 1 提供热量,再进入二级脱水塔冷凝器 12 冷凝排出。

[0046] 三级脱水塔 3 操作压力为 10-15KPa(A),操作温度为 45-125℃,塔顶回流比为 3-6,物料经三级脱水塔 3 精馏后工艺水蒸汽全部从三级脱水塔 3 塔顶进入到三级脱水塔冷凝器 10 冷凝,然后进入三级脱水塔回流罐 15 后,一部分冷却后的工艺水排出到工艺水系统,另一部分返回至三级脱水塔 3 塔顶完成回流操作,此时的物料成分为 DMSO 和少量高沸物,三级脱水塔 3 塔釜物料进入产品塔 4。

[0047] 产品塔 4 操作压力为 5-12KPa(A),操作温度为 110-127℃,塔顶回流比为 0.5-1.5,物料在产品塔 4 中精馏后 DMSO 从塔顶通过产品塔冷凝器 16 收集后,进入到产品塔回流罐 17 中,此时得到的产品组成 DMSO  $\geq$  99.95% (wt%),塔釜内的重沸物和少量的 DMSO 通过高沸中转罐 18 及刮板蒸发器 7 后,从位于刮板蒸发器 7 底部的刮板蒸发器液相出口 25,进入到蒸发釜 6 中。

[0048] 所述刮板蒸发器 7 顶部设有一个刮板蒸发器气相出口 24, 刮板蒸发器气相出口 24 处依次连通有一个刮板冷凝器 19 和一个刮板蒸发器接收罐 20, 用于将刮板蒸发器 7 排出的蒸汽冷凝排出。

[0049] 加入一定量的第二处理剂到蒸发釜 6 中, 将 DMSO 和水蒸发, 从位于蒸发釜 6 顶端的蒸发釜气相出口 27 流至蒸发釜冷凝器 21 冷凝后进入蒸发釜接收罐 22 中, 然后可以选择进入到原料罐 23 或蒸发罐 5 循环, 重沸物从蒸发釜 6 底的蒸发釜液相出口 26 采出。

[0050] 实施方式二:

[0051] 如图 2 所示, 本实施方式二在负压条件下, 将 DMSO 和水的混合物加入一级脱水塔 1, 进料组成为 DMSO 15% (wt%) 和水 85% (wt%), 进料温度为 60℃, 一级脱水塔 1 的操作压力为 10-15KPa(A), 操作温度为 45-55℃, 一级脱水塔 1 塔顶回流比为 0.1-0.8, 工艺水蒸汽从一级脱水塔 1 塔顶采出, 通过一级脱水塔冷凝器 8 冷凝后采集到一级脱水塔回流罐 9 中, 然后一部分冷却后的工艺水排出到工艺水系统, 另一部分返回至一级脱水塔 1 塔顶完成回流操作, 物料进入到产品塔预热器 32 中, 产品塔预热器 32 同时与产品塔 4 的塔顶相连通, 物料在产品塔预热器 32 中和产品塔 4 塔顶的蒸汽进行热量交换, 物料经过预热后, 进入到二级脱水塔 2 前的蒸发罐 5 中, 向蒸发罐 5 中加入第一处理剂, 通过强制循环泵 33 及蒸发罐加热器 11 的作用, 对一级脱水塔 1 塔釜物料强制循环加热, 从而使一级脱水塔 1 塔釜物料变成气相进入二级脱水塔。一级脱水塔 1 塔釜物料出料后, 在产品塔预热器 32 中和产品塔 4 塔顶蒸汽交换热量, 预热后进入二级脱水塔 2 前的蒸发罐 5。

[0052] 蒸发罐 5 内的操作压力为 25-37KPa(A), 操作温度 100-127℃。

[0053] 二级脱水塔 2 操作压力为 25-35KPa(A), 操作温度为 60-125℃, 塔顶回流比为 0.2-1.0, 物料经二级脱水塔 2 精馏后工艺水蒸汽由二级脱水塔 2 塔顶采出至二级脱水塔冷凝器 12 进行冷凝, 进入二级脱水塔回流罐 13 后, 一部分冷却后的工艺水排出到工艺水系统, 另一部分返回至二级脱水塔 2 塔顶完成回流操作, 二级脱水塔 2 塔釜物料进入三级脱水塔 3, 二级脱水塔 2 塔顶的工艺水蒸汽可以进入一级脱水塔再沸器 14 给一级脱水塔 1 提供热量, 再进入二级脱水塔冷凝器 12 冷凝排出。

[0054] 三级脱水塔 3 操作压力为 10-15KPa(A), 操作温度为 45-125℃, 塔顶回流比为 3-6, 物料经三级脱水塔 3 精馏后工艺水全部从三级脱水塔 3 塔顶进入到三级脱水塔冷凝器 10 冷凝, 然后进入三级脱水塔回流罐 15 后, 一部分冷却后的工艺水排出到工艺水系统, 另一部分返回至三级脱水塔 3 塔顶完成回流操作, 此时的物料成分为 DMSO 和少量高沸物, 三级脱水塔 3 塔釜物料进入产品塔 4。

[0055] 产品塔 4 操作压力为 5-12KPa(A), 操作温度为 110-127℃, 塔顶回流比为 0.5-1.5, 物料在产品塔 4 中精馏后 DMSO 从塔顶通过产品塔冷凝器 16 收集后, 进入到产品塔回流罐 17 中, 此时得到的产品组成  $\text{DMSO} \geq 99.95\%$  (wt%), 塔釜内的重沸物和少量的 DMSO 通过高沸中转罐 18 进入到刮板蒸发器 7 中。

[0056] 所述刮板蒸发器 7 顶部设有一个刮板蒸发器气相出口 24, 刮板蒸发器气相出口 24 处依次连通有一个刮板冷凝器 19 和一个刮板蒸发器接收罐 20, 用于将刮板蒸发器 7 排出的 DMSO 冷凝排出, 所述刮板蒸发器 19 底部设有一个刮板蒸发器液相出口 25, 重沸物从刮板蒸发器液相出口 25 采出。

[0057] 实施方式三:



[0058] 如图 3 所示,本实施方式三在负压条件下,将 DMSO 和水的混合物加入一级脱水塔 1,进料组成为 DMSO80% (wt%) 和水 20% (wt%),进料温度为 60℃,一级脱水塔 1 的操作压力为 10-15KPa(A),操作温度为 45-55℃,一级脱水塔 1 塔顶回流比为 0.1-0.8,工艺水从一级脱水塔 1 塔顶采出,通过一级脱水塔冷凝器 8 冷凝后采集到一级脱水塔回流罐 9 中,然后一部分冷却后的工艺水排出到工艺水系统,另一部分返回至一级脱水塔 1 塔顶完成回流操作,物料进入到产品塔预热器 32 中,产品塔预热器 32 同时与产品塔 4 的塔顶相连通,物料在产品塔预热器 32 中和产品塔 4 塔顶的蒸汽出料进行热量交换,物料经过预热后,进入到二级脱水塔 2 前的蒸发罐 5 中,向蒸发罐 5 中加入第一处理剂,通过强制循环泵 33 及蒸发罐加热器 11 的作用,对一级脱水塔 1 塔釜物料强制循环加热,从而使一级脱水塔 1 塔釜物料变成蒸汽进入二级脱水塔。一级脱水塔 1 塔釜物料出料后,在产品塔预热器 32 中和产品塔 4 塔顶蒸汽出料交换热量,预热后进入二级脱水塔 2 前的蒸发罐 5。

[0059] 蒸发罐 5 内的操作压力为 25-37KPa(A),操作温度 100-127℃。

[0060] 二级脱水塔 2 操作压力为 25-35KPa(A),操作温度为 60-125℃,塔顶回流比为 0.2-1.0,物料经二级脱水塔 2 精馏后工艺水由二级脱水塔 2 塔顶采出至二级脱水塔冷凝器 12 进行冷凝,进入二级脱水塔回流罐 13 后,一部分冷却后的工艺水排出到工艺水系统,另一部分返回至二级脱水塔 2 塔顶完成回流操作,二级脱水塔 2 塔釜物料进入三级脱水塔 3,二级脱水塔 2 塔顶的工艺水蒸汽可以进入一级脱水塔再沸器 14 给一级脱水塔 1 提供热量,再进入二级脱水塔冷凝器 12 冷凝排出。

[0061] 三级脱水塔 3 操作压力为 10-15KPa(A),操作温度为 45-125℃,塔顶回流比为 3-6,物料经三级脱水塔 3 精馏后工艺水全部从三级脱水塔 3 塔顶进入到三级脱水塔冷凝器 10 冷凝,然后进入三级脱水塔回流罐 15 后,一部分冷却后的工艺水排出到工艺水系统,另一部分返回至三级脱水塔 3 塔顶完成回流操作,此时的物料成分为 DMSO 和少量高沸物,三级脱水塔 3 塔釜物料进入产品塔 4。

[0062] 产品塔 4 操作压力为 5-12KPa(A),操作温度为 110-127℃,塔顶回流比为 0.5-1.5,物料在产品塔 4 中精馏后 DMSO 从塔顶通过产品塔冷凝器 16 收集后,进入到产品塔回流罐 17 中,此时得到的产品组成  $DMSO \geq 99.95\%$  (wt%),塔釜内的重沸物和少量的 DMSO 通过高沸中转罐 18 进入到蒸发釜 6 中。

[0063] 加入一定量的第二处理剂到蒸发釜 6 中,将 DMSO 和水蒸发,从位于蒸发釜 6 顶端的蒸发釜气相出口 27 流至蒸发釜冷凝器 21 冷凝后进入蒸发釜接收罐 22 中,然后可以选择进入到原料罐 23 或蒸发罐 5 循环,重沸物从蒸发釜 6 底的蒸发釜液相出口 26 采出。

[0064] 实施方式四:

[0065] 如图 4 所示,本实施方式四在实施方式一的基础上,取消高沸中转罐 18,即:产品塔 4 的塔底直接与所述刮板蒸发器 24 连接。

[0066] 实施方式五:

[0067] 如图 5 所示,本实施方式五在实施方式二的基础上,取消高沸中转罐 18,即:产品塔 4 的塔底直接与所述刮板蒸发器 24 连接。

[0068] 实施方式六:

[0069] 如图 6 所示,本实施方式六在实施方式三的基础上,取消高沸中转罐 18,即:产品塔 4 的塔底直接与所述蒸发釜 6 连接。

[0070] 在本发明中,采用的是一种从DMSO水溶液中回收DMSO的设备,该设备包括一级脱水塔1、二级脱水塔2、三级脱水塔3、产品塔4及蒸发釜6,所述一级脱水塔1底部通过与产品塔4塔顶相连接的产品塔预热器32与所述二级脱水塔2塔釜相连接,所述二级脱水塔2底部与所述三级脱水塔3塔釜相连接,所述三级脱水塔3塔底与所述产品塔4塔釜相连接,所述产品塔4塔底与所述蒸发釜6之间设有一个刮板蒸发器7,所述产品塔4塔底通过所述刮板蒸发器7与所述蒸发釜6相连通。

[0071] 所述蒸发釜6顶部设有一个处理剂进口28及一个蒸发釜气相出口27,底部设有一个蒸发釜液相出口26,所述蒸发釜气相出口27处依次连接有一个蒸发釜冷凝器21及一个蒸发釜接收罐22。

[0072] 所述刮板蒸发器7顶部设有一个刮板蒸发器气相出口24,底部设有一个刮板蒸发器液相出口25,所述刮板蒸发器气相出口24处依次连接有一个刮板冷凝器19及一个刮板蒸发器接收罐20。

[0073] 所述一级脱水塔1塔顶及三级脱水塔3的塔顶各设有一个用于冷却废气的冷凝器及用于储存排放工艺水的回流罐,分别为一级脱水塔冷凝器8、一级脱水塔回流罐9及二级脱水塔冷凝器12、二级脱水塔回流罐13。

[0074] 所述三级脱水塔冷凝器10与所述二级脱水塔2连接的管路上连通有一个蒸发罐5,所述蒸发罐5上连接有一个蒸发罐加热器11。

[0075] 所述一级脱水塔1、二级脱水塔2、三级脱水塔3及产品塔4的底部各设有一个与底部形成回路的再沸器,分别为一级脱水塔再沸器14、二级脱水塔再沸器29、三级脱水塔再沸器30及产品塔再沸器31。

[0076] 所述二级脱水塔2顶部与一级脱水塔再沸器14相连通并形成回路。

[0077] 所述二级脱水塔2顶部与所述二级脱水塔再沸器29相连通的回流支路上依次连通有一个二级脱水塔冷凝器12及一个二级脱水塔回流罐13。

[0078] 以上所述仅为本发明的较佳实施例,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

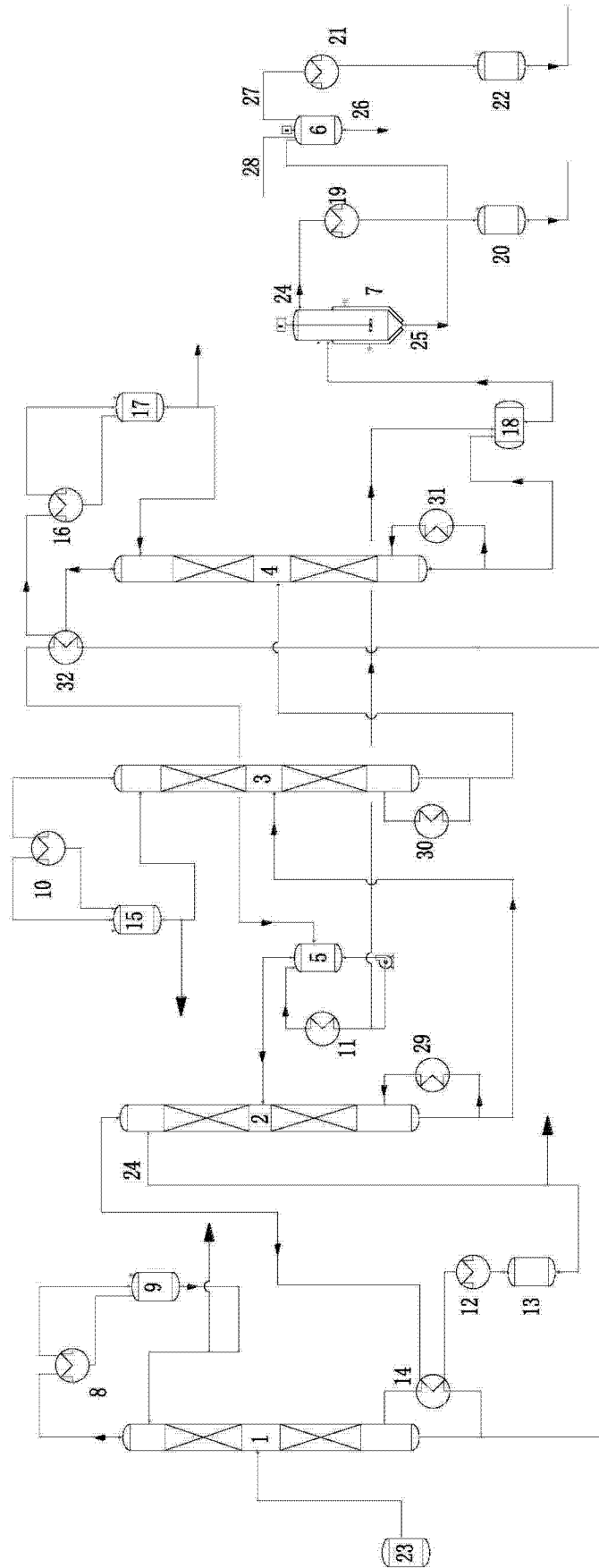


图 1

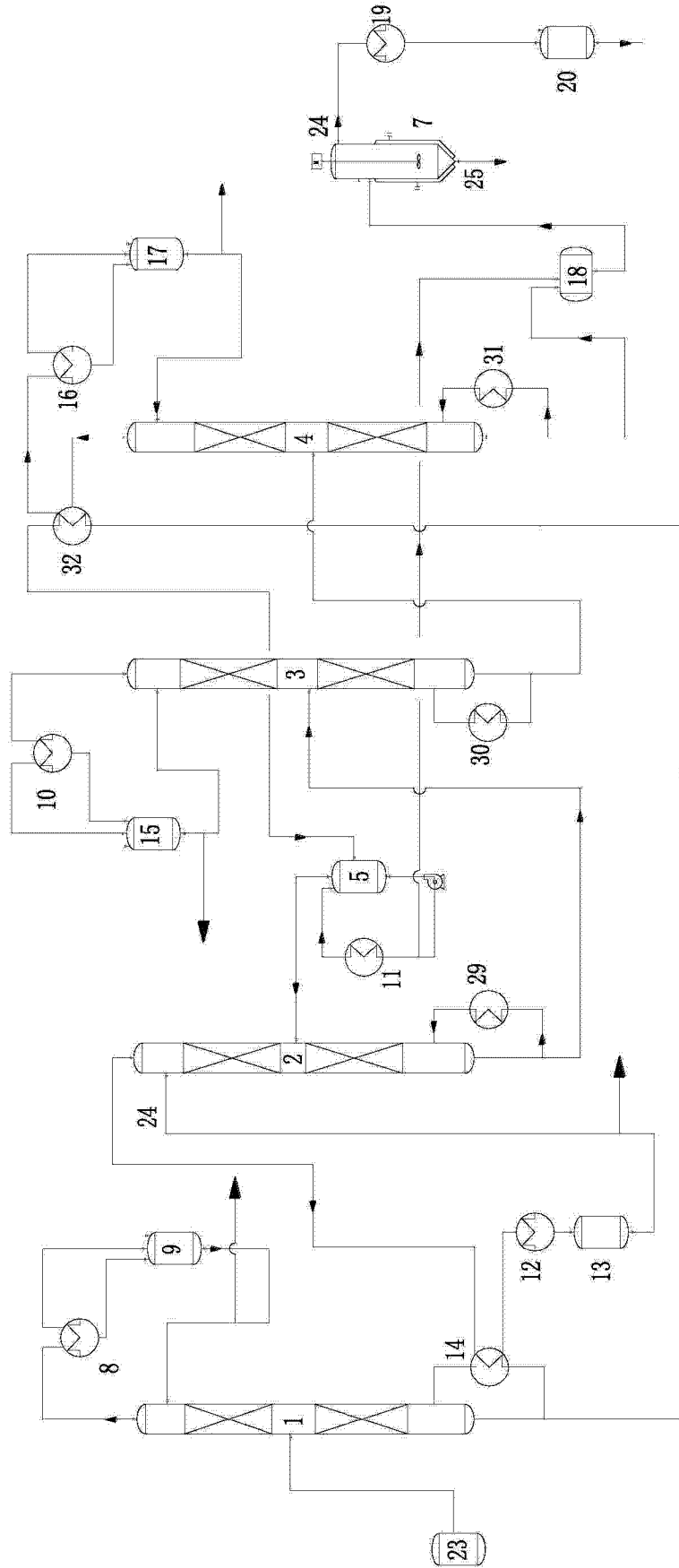


图 2

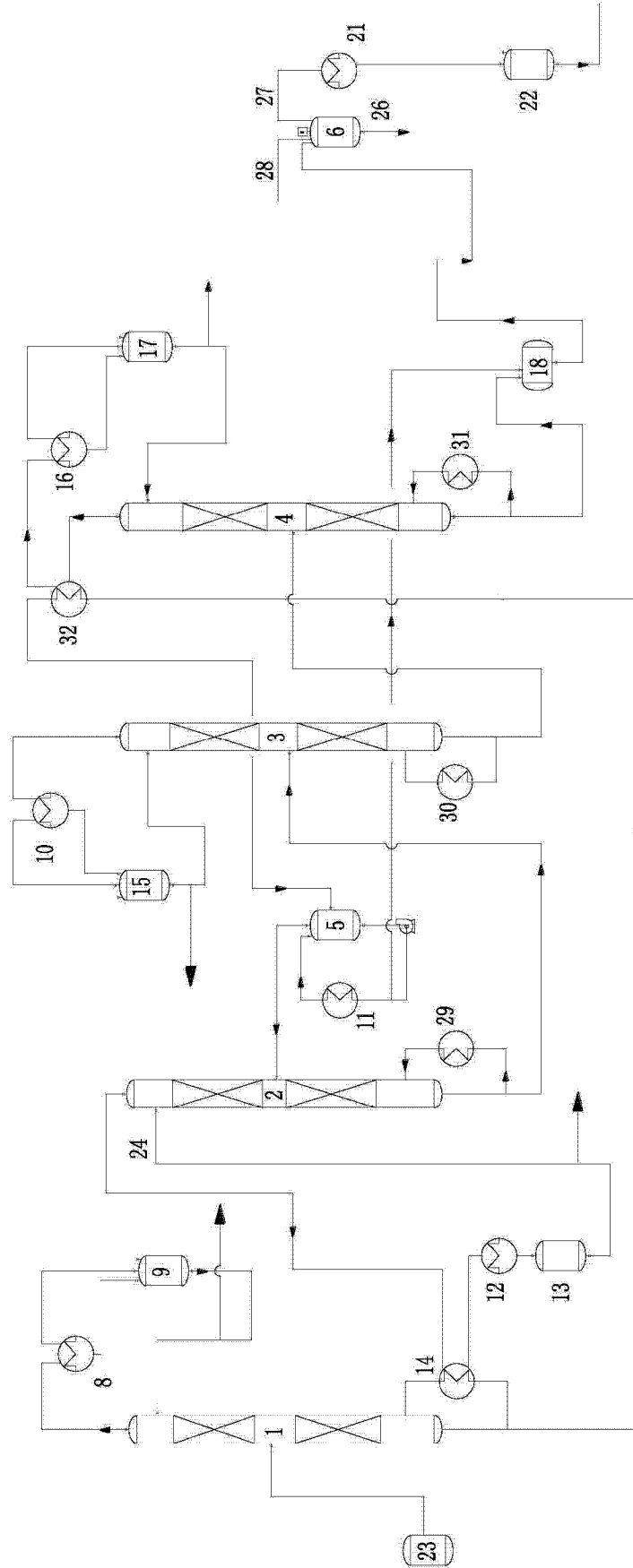


图 3

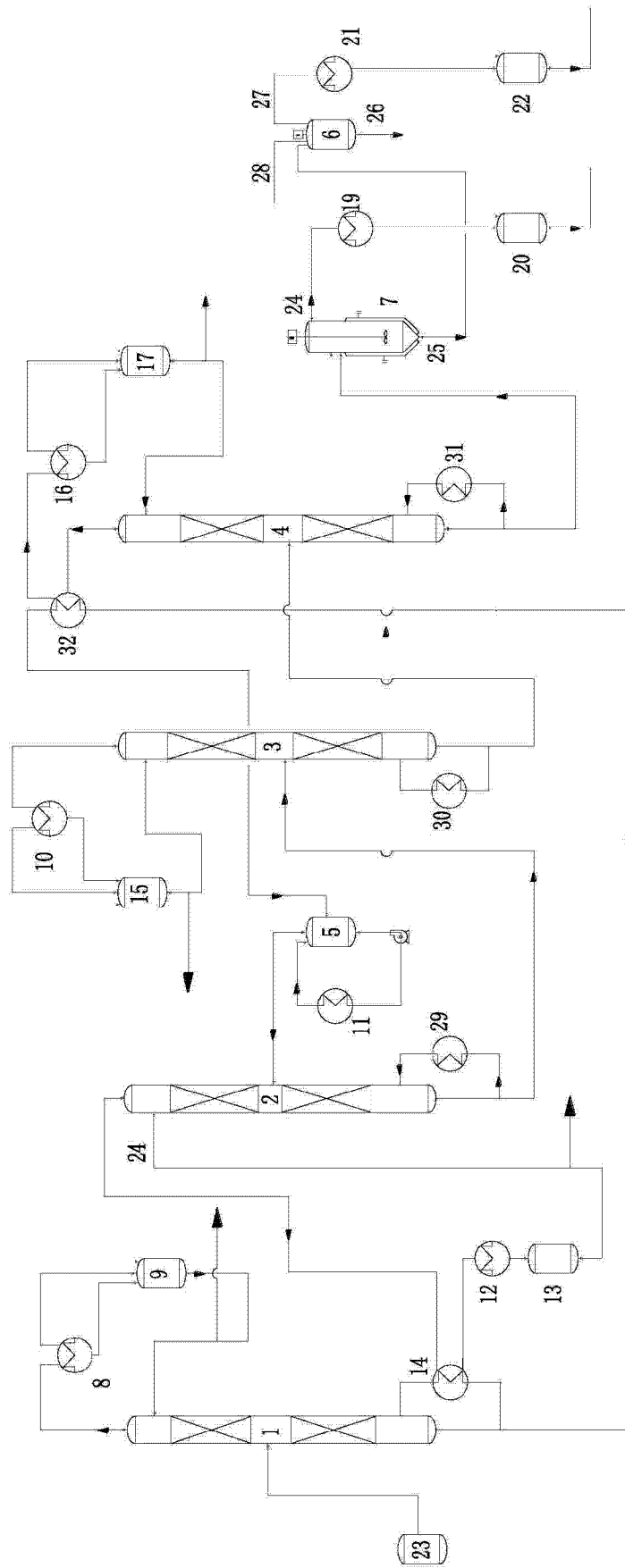


图 4

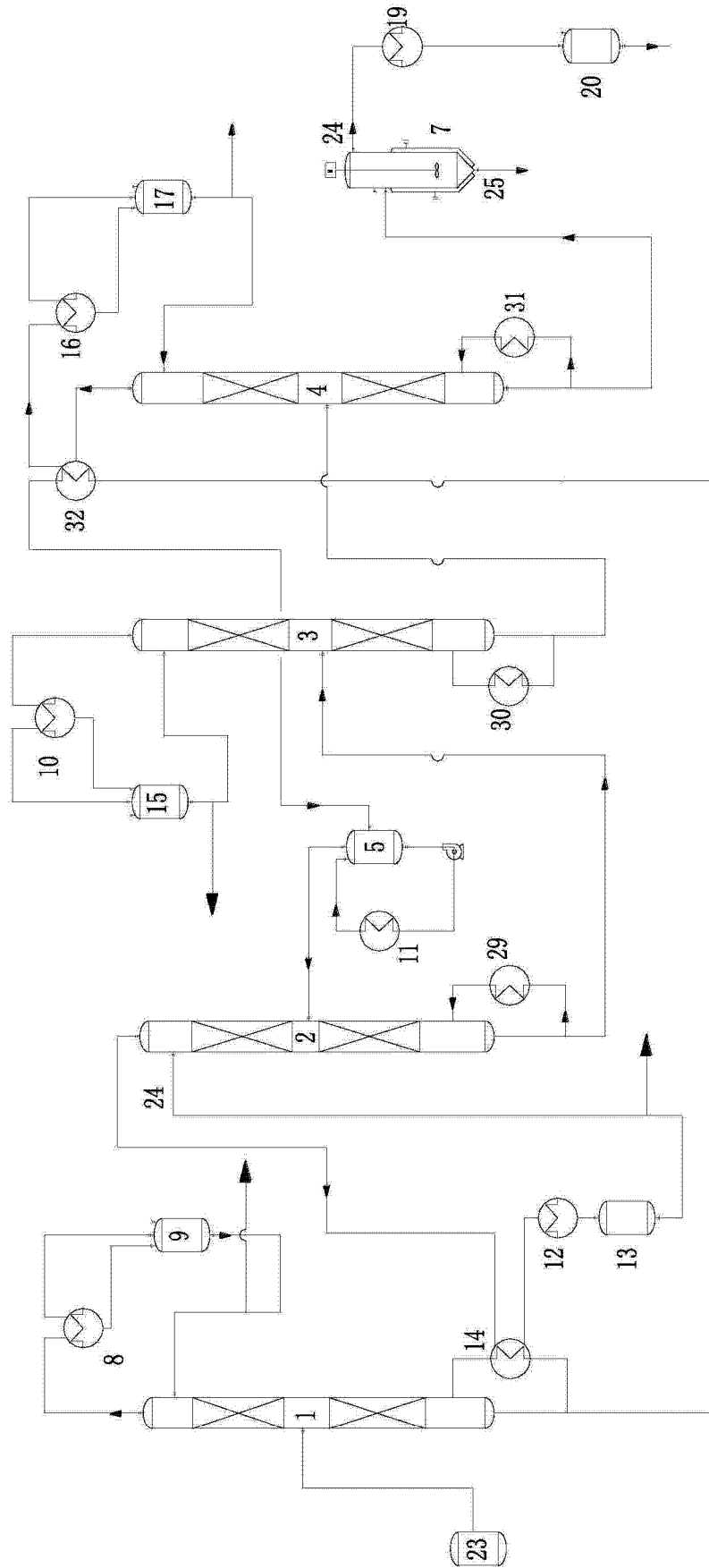


图 5

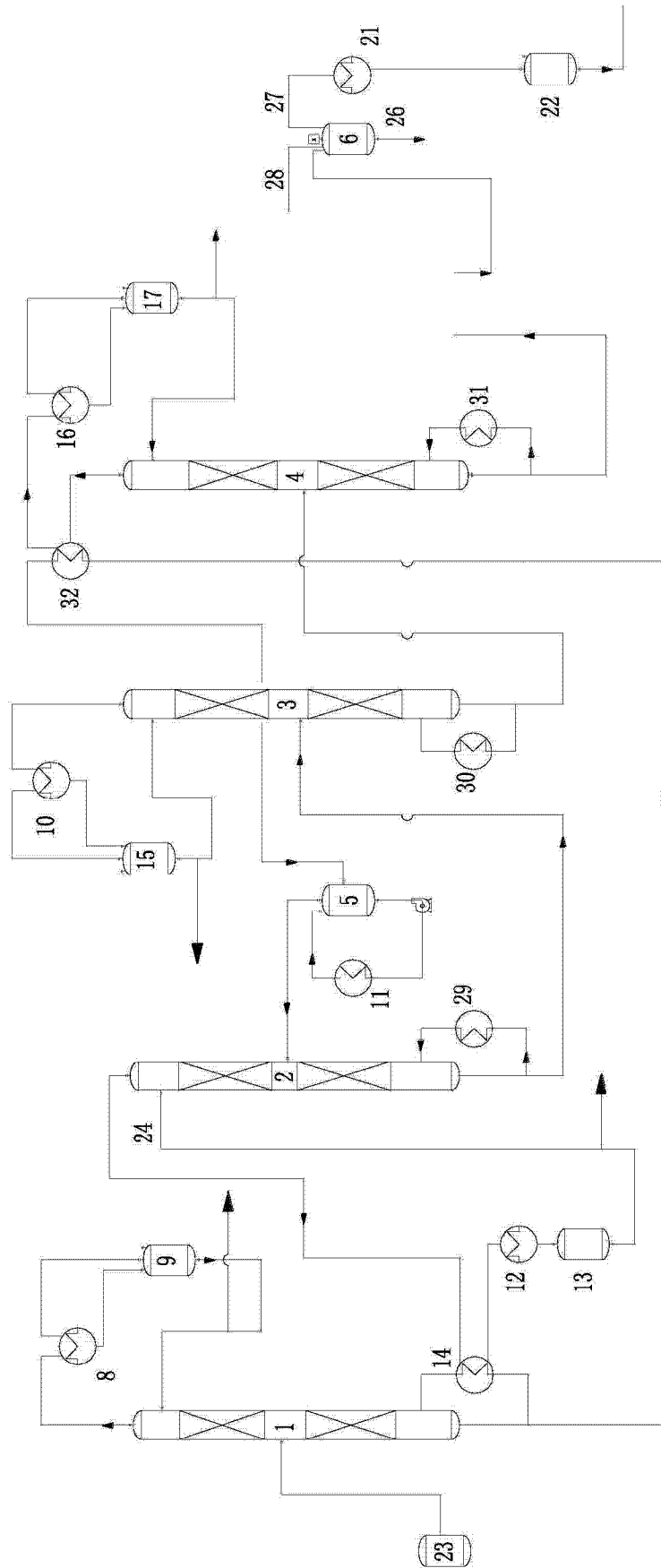


图 6