

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200480015959.7

[51] Int. Cl.

C07C 43/16 (2006.01)

C07C 41/42 (2006.01)

C07C 41/08 (2006.01)

C07C 29/82 (2006.01)

[43] 公开日 2006 年 7 月 12 日

[11] 公开号 CN 1802340A

[22] 申请日 2004.6.8

[21] 申请号 200480015959.7

[30] 优先权

[32] 2003.6.12 [33] DE [31] 10326403.5

[86] 国际申请 PCT/EP2004/006160 2004.6.8

[87] 国际公布 WO2004/110970 德 2004.12.23

[85] 进入国家阶段日期 2005.12.8

[71] 申请人 巴斯福股份公司

地址 德国路德维希港

[72] 发明人 K·克拉斯 H·贝克尔

R·福格尔桑 A·豪克

M·西格尔特 J·亨克尔曼

[74] 专利代理机构 北京市中咨律师事务所

代理人 刘金辉 林柏楠

权利要求书 2 页 说明书 8 页 附图 3 页
按照条约第 19 条的修改 2 页

[54] 发明名称

蒸馏分离含乙烯基醚和醇的混合物的方法

[57] 摘要

本发明涉及一种蒸馏分离含有通式 (I) $R^1 - O - CH = CH_2$ 的乙烯基醚和通式 (II) $R^2 - OH$ 的醇的混合物的方法, 其中 R^1 和 R^2 相互独立地为具有 2 - 10 个碳原子的饱和或不饱和、脂族或环脂族基团且醇 (II) 的沸点比乙烯基醚 (I) 高至少 $1^\circ C$, 该沸点在 0.1 绝对 MPa 下测量或为外推至 0.1 绝对 MPa 下的值。根据所述方法, a) 将该混合物供入第一蒸馏塔并以塔顶产物取出含有乙烯基醚 (I) 和醇 (II) 的共沸物, 以塔底产物取出富含醇 (II) 的料流; b) 然后将来自第一蒸馏塔的含有乙烯基醚 (I) 和醇 (II) 的共沸物供入在比第一蒸馏塔高 0.01 - 3MPa 的压力下操作的第二蒸馏塔中, 并以塔底产物或在汽提段中的气态侧流取出乙烯基醚 (I), 以塔顶产物取出含有乙烯基醚 (I) 和醇 (II) 的共沸物; 和 c) 将来自第二蒸馏塔的含有乙烯基醚 (I) 和醇 (II) 的共沸物再供回到第一蒸馏塔中。

1. 一种蒸馏分离含有通式(I)的乙烯基醚和通式(II)的醇的混合物的方法:



其中 R^1 和 R^2 各自独立地为具有 2-10 个碳原子的饱和或不饱和、脂族或环脂族基团, 且其中醇(II)的沸点比乙烯基醚(I)高至少 1°C , 该沸点在 0.1 绝对 MPa 下测量或为外推至 0.1 绝对 MPa 下的值, 该方法包括如下步骤:

- a) 将该混合物送入第一蒸馏塔并以塔顶产物取出含有乙烯基醚(I)和醇(II)的共沸物, 以塔底产物取出富含醇(II)的料流;
- b) 将来自第一蒸馏塔的含有乙烯基醚(I)和醇(II)的共沸物送入在比第一蒸馏塔高 0.01-3MPa 的压力下操作的第二蒸馏塔中, 并以塔底产物或在汽提段中的气态侧流取出乙烯基醚(I), 以塔顶产物取出含有乙烯基醚(I)和醇(II)的共沸物; 和
- c) 将来自第二蒸馏塔的含有乙烯基醚(I)和醇(II)的共沸物再循环到第一蒸馏塔中。

2. 如权利要求 1 所要求的方法, 其中第二蒸馏塔在比第一蒸馏塔高 0.1-2MPa 的压力下操作, 所述压力在塔顶测量。

3. 如权利要求 1 或 2 所要求的方法, 其中第一蒸馏塔在 $75-225^\circ\text{C}$ 的温度和 0.01-1 绝对 MPa 的压力下操作, 所述温度在塔底测量且所述压力在塔顶测量。

4. 如权利要求 1-3 中任一项所要求的方法, 其中第二蒸馏塔在 $75-225^\circ\text{C}$ 的温度下操作, 所述温度在塔底测量。

5. 如权利要求 1-4 中任一项所要求的方法, 其中乙烯基醚(I)作为第二蒸馏塔的汽提段中的气态侧流在理论塔板总数的 25%以下的区域中取出。

6. 如权利要求 1-5 中任一项所要求的方法, 其中将作为塔底产物或汽提段中的气态侧流从第二蒸馏塔中取出的乙烯基醚(I)送入提纯蒸馏塔中并以塔顶产物从中得到提纯的乙烯基醚(I)。

7. 如权利要求 1-6 中任一项所要求的方法, 其中使用含有其中基团 R^1 和 R^2 各自独立地为 C_2 - C_4 烷基的乙烯基醚(I)和醇(II)的混合物。

8. 如权利要求 1-7 中任一项所要求的方法, 其中使用含有其中基团 R^1 和 R^2 相同的乙烯基醚(I)和醇(II)的混合物。

9. 如权利要求 8 所要求的方法, 其中所用的含有乙烯基醚(I)和醇(II)的混合物来自通过使醇(II)与乙炔在碱性碱金属或碱土金属化合物存在下反应, 从来自第一蒸馏塔中的富含醇(II)的塔底产物中蒸馏除去低沸点化合物和高沸点化合物, 并将提纯的醇(II)再循环到乙烯基醚合成中而进行的乙烯基醚合成。

10. 如权利要求 9 所要求的方法, 其中在间壁塔或具有传热和/或传质的蒸馏塔排列中从来自第一蒸馏塔中的富含醇(II)的塔底产物蒸馏除去低沸点化合物和高沸点化合物。

蒸馏分离含乙烯基醚和醇的混合物的方法

本发明涉及一种蒸馏分离含有通式(I)的乙烯基醚和通式(II)的醇的混合物的方法:



其中 R^1 和 R^2 各自独立地为具有 2-10 个碳原子的饱和或不饱和、脂族或环脂族基团, 且其中醇(II)的沸点比乙烯基醚(I)高至少 1°C , 该沸点在 0.1 绝对 MPa 下测量或为外推至 0.1 绝对 MPa 下的值。

乙烯基醚构成具有广泛应用领域的一类重要化合物。例如, 它们尤其用作聚合物和共聚物中的单体结构单元, 用于涂料、粘合剂、印刷油墨和辐射固化涂料中。其他应用领域是中间体、香料和调料以及药物产品的制备。

乙烯基醚在工业上通常通过使合适的醇与乙炔在碱性催化剂存在下反应而制备(参见 Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 第 6 版, 2000 电子版, “乙烯基醚-生产”一章和 W. Reppe 等, Justus Liebigs Ann. Chem., 601(1956), 第 135-138 页)。除了催化剂和可能的副产物外, 形成的反应混合物主要包含形成的乙烯基醚和未转化的醇。除了 C_1 衍生物, 即甲基乙烯基醚/甲醇外, 乙烯基醚和未转化的醇不能通过简单蒸馏分离成具有所需纯度的级分, 因为形成共沸物。该问题迄今为止一直通过使用萃取和萃取蒸馏方法解决, 其中作为助剂加入一种或多种外来物质, 然后在分离成含乙烯基醚和含醇的级分之后再次除去外来物质。

例如, EP-A 0 415 334 描述了用碱的水溶液一步或多步萃取含乙烯基醚和醇的混合物, 其中得到乙烯基醚相和含水醇相, 然后通过蒸馏从含水醇相中得到醇。

US 2,779,720 描述了一种分离包含脂族乙烯基醚和脂族醇的混合物的方法, 其中该混合物与水 and 二醇或二醇醚一起蒸馏。此时形成的塔顶产物

为乙烯基醚和水的共沸混合物，在进一步的蒸馏中可以从该混合物得到乙烯基醚。剩余的塔底产物是包含醇和二醇或二醇醚的混合物，通过下游蒸馏可以从该混合物中得到醇。

DE-A 1 000 804 公开了一种处理包含多元醇的单乙烯基醚和多元醇的混合物的方法，其中将该混合物与水一起在碱性介质中蒸馏或进行蒸汽蒸馏。此时得到的塔顶产物为乙烯基醚与水的共沸混合物，而塔底剩余的残余物为醇。在蒸馏中得到的塔顶馏分可以任选用水不混溶性溶剂萃取以将乙烯基醚转移到有机相，并可以通过蒸馏从中得到乙烯基醚。

SU 1 616 888 描述了通过用水萃取蒸馏而分离含丁醇和丁基乙烯基醚的混合物。然后蒸馏作为塔顶产物形成的含有丁基乙烯基醚和水的共沸混合物而得到丁基乙烯基醚。第一次蒸馏得到的含丁醇的塔底产物在另一蒸馏中处理而得到丁醇。

US 3,878,058 描述了一种由含有烷基乙烯基醚和脂族醇的混合物获得烷基乙烯基醚的方法，其中将该混合物与二醇单醚一起蒸馏。在该方法中，取出的塔顶产物是烷基乙烯基醚且得到的塔底产物是含醇和二醇单醚的混合物。该混合物在随后的蒸馏中分离成醇和二醇单醚，并将后者再循环到第一蒸馏段中。

所有上述方法的缺点是使用一种或多种外来物质作为助剂。这在该体系中加入了随后必须再次除去的新化合物。这首先伴随有相应的成本以及与设备和方法相关的不便，其次伴随有乙烯基醚和/或醇被残留量的这些外来物质污染的危险。此外，由于它们的固有体积，这些外来物质降低了蒸馏设备的容量或要求使用较大的蒸馏设备。

本发明的目的是发现一种分离包含乙烯基醚和醇的混合物的方法，该方法不具有上述缺点且尤其以低成本和与设备和方法相关的低不便性得到提纯的乙烯基醚和醇，装置容量高且没有乙烯基醚和/或醇因加入作为助剂的外来物质而被污染的危险。

我们发现该目的由一种蒸馏分离含有通式(I)的乙烯基醚和通式(II)的醇的混合物的方法实现：



R^2-OH (II)

其中 R^1 和 R^2 各自独立地为具有 2-10 个碳原子的饱和或不饱和、脂族或环脂族基团，且其中醇(II)的沸点比乙烯基醚(I)高至少 1°C ，该沸点在 0.1 绝对 MPa 下测量或为外推至 0.1 绝对 MPa 下的值，该方法包括如下步骤：

- a) 将该混合物送入第一蒸馏塔，并以塔顶产物取出含有乙烯基醚(I)和醇(II)的共沸物，以塔底产物取出富含醇(II)的料流；
- b) 将来自第一蒸馏塔的含有乙烯基醚(I)和醇(II)的共沸物送入在比第一蒸馏塔高 0.01-3MPa 的压力下操作的第二蒸馏塔中，并以塔底产物或在汽提段中的气态侧流取出乙烯基醚(I)，以塔顶产物取出含有乙烯基醚(I)和醇(II)的共沸物；和
- c) 将来自第二蒸馏塔的含有乙烯基醚(I)和醇(II)的共沸物再循环到第一蒸馏塔中。

因此，本发明方法包括两个蒸馏塔。在第一蒸馏塔中，将待用的包含乙烯基醚(I)和醇(II)的混合物被分离成作为塔顶产物的含有乙烯基醚(I)和醇(II)的共沸物和作为塔底产物的富含醇(II)的料流。

通常而言，第一蒸馏塔在 $75-225^\circ\text{C}$ ，优选 $100-175^\circ\text{C}$ 的温度下操作，所述温度在塔底测量且其选择主要取决于待分离的乙烯基醚(I)和醇(II)和在该蒸馏塔中选定的压力。通常而言，第一蒸馏塔在 0.01-1 绝对 MPa，优选 0.05-0.5 绝对 MPa 的压力下操作，所述压力在塔底测量且其选择主要取决于待分离的乙烯基醚(I)和醇(II)以及在该蒸馏塔中选定的温度。在每种情况下对特定体系待选择的温度和待选择的压力可以由本领域熟练技术人员通过简单计算或简单的常规试验确定。对于每个特定体系而言，存在温度和压力之间的关系，因此通常由技术(例如蒸馏塔的设计)、经济(例如资金成本和/或能源成本)和化学(例如，若存在的话，仅不显著的产物分解)以及边界条件确定所使用的参数范围。

通常而言，第一蒸馏塔中的理论塔板数为 5-75，待用于特定体系的理论塔板数主要取决于待分离的乙烯基醚(I)和醇(II)以及预期的分离性能。在每种情况下对特定体系待选择的理论塔板数可以由本领域熟练技术人员通过简单计算或简单的常规试验确定。

所用第一蒸馏塔原则上可以是满足技术边界条件，尤其是所需分离性能、所要求的温度稳定性、所要求的压力稳定性和所要求的材料稳定性的任何蒸馏塔。通常而言，这些塔是具有金属夹套以及分离和非分离内件的塔。有用的分离内件例如包括塔盘或规整填料。

在本发明方法中，通常有利的是以使随混合物一起供入 ≥ 50 重量%，优选 ≥ 75 重量%，更优选 ≥ 90 重量%的量的醇(II)经由塔底产物取出的方式设计并操作第一蒸馏塔。

醇(II)在待以塔底产物取出的料流中的浓度通常 ≥ 90 重量%，优选 ≥ 95 重量%。

在第二蒸馏塔中，将来自第一蒸馏塔的含有乙烯基醚(I)和醇(II)的共沸物分离成作为塔顶产物的含有乙烯基醚(I)和醇(II)的共沸物和作为塔底产物或在汽提段中的气态侧流的乙烯基醚(I)。

通常而言，第二蒸馏塔在 $75-225^{\circ}\text{C}$ ，优选 $100-175^{\circ}\text{C}$ 的温度下操作，所述温度在塔底测量且其选择主要取决于待分离的乙烯基醚(I)和醇(II)和在该蒸馏塔中选定的压力。为了实现到含有乙烯基醚(I)和醇(II)的共沸物以及乙烯基醚(I)料流的适当分离，第二蒸馏塔在比第一蒸馏塔高 $0.01-3\text{MPa}$ 的压力下操作。优选在比第一蒸馏塔高 $0.1-2\text{MPa}$ 的压力下操作第二蒸馏塔。确定待用压力的重要参数是所需分离性能。通常而言，与第一蒸馏塔的压力差越大，在第二蒸馏塔中的分离性能越高。乙烯基醚(I)的比例也随与第一蒸馏塔的压力差增加而升高，而且乙烯基醚可以作为塔底产物或汽提段中的气态侧流取出。剩余的共沸物因此在高压下具有较低的乙烯基醚(I)含量，其最终降低了第一蒸馏塔的流速和负荷。另一方面，应注意的是随着压力差增大，需要更多的压缩能量，应针对相应压力适当设计第二蒸馏塔；并且对于待分离的特定混合物而言，蒸馏温度也升高，这导致待分离产物上的热应力更高。在每种情况下对特定体系待选择的温度和待选择的压力可以由本领域熟练技术人员通过简单计算或简单的常规试验确定。对于每个特定体系，存在温度和压力之间的关系，因此通常由技术(例如蒸馏塔的设计、分离性能、质量流量)、经济(例如资金成本和/或能源成本)和化学(例如，若存在的话，仅不显著的产物分解)以及边界条件确定所使

用的参数范围。

通常而言，第二蒸馏塔中的理论塔板数为 5-75，待用于特定体系的理论塔板数主要取决于待分离的乙烯基醚(I)和醇(II)以及预期的分离性能。在每种情况下对特定体系所选择的理论塔板数可以由本领域熟练技术人员通过简单计算或简单的常规试验确定。

所用第二蒸馏塔原则上可以是满足技术边界条件，尤其是所需分离性能、所要求的温度稳定性、所要求的压力稳定性和所要求的材料稳定性的任何蒸馏塔。通常而言，这些塔是具有金属夹套以及分离和非分离内件的塔。有用的分离内件例如包括塔盘或规整填料。

在第二蒸馏塔中，乙烯基醚(I)作为塔底产物以液体形式取出或作为汽提段中的侧流以气体形式取出。在后一情况下，乙烯基醚(I)优选在理论塔板总数的 25%以下的区域，更优选 10%以下的区域中取出。例如，在总共有 75 块理论塔板的蒸馏塔中的理论塔板总数的 25%以下的区域中的设计是指在第 1 至第 19 块理论塔板的区域中取出气态侧流。气态侧流的优点在于改进了以纯净形式得到的乙烯基醚(I)的色数，因为可以使产物不含不需要的低沸点化合物。

在本发明方法中，通常有利的是以使随混合物一起供入的 $\geq 20\%$ ，优选 $\geq 50\%$ ，更优选 $\geq 75\%$ ，最优选 $\geq 90\%$ 的量的乙烯基醚(I)经由塔底产物取出的方式设计并操作第二蒸馏塔。 $<20\%$ 的值通常导致巨大且因此并不经济的再循环料流。乙烯基醚(I)在待以塔底产物取出的料流中的浓度通常 ≥ 97.5 重量%，优选 ≥ 99.5 重量%。

图 1 示出了本发明方法的简化方框图。经由管线(1)将含有待分离的乙烯基醚(I)和醇(II)的料流(a)供入第一蒸馏塔 A 中。经由管线(2)取出的塔底产物为富含醇(II)的料流(b)。将以塔顶产物取出的含有乙烯基醚(I)和醇(II)的共沸物经由管线(3)供入第二蒸馏塔 B。经由管线(4)从该塔 B 以塔底产物或汽提段中的气态侧流取出乙烯基醚(I)(c)。将以塔顶产物取出的含有乙烯基醚(I)和醇(II)的共沸物经由管线(5)再循环到第一蒸馏塔 A 中。

因为以第二蒸馏塔的塔底产物或汽提段中的气态侧流取出的乙烯基醚(I)通常仍被少量次级组分，例如缩醛所污染，优选将其送入提纯蒸馏塔并

以塔顶产物得到提纯的乙烯基醚(I)。提纯蒸馏塔的设计和蒸馏参数可以由本领域熟练技术人员通过简单计算或简单的常规试验确定。

图2示出了本发明的该优选方法的简化方框图。将以第二蒸馏塔的塔底产物或汽提段中的气态侧流取出的含有乙烯基醚(I)的料流经由管线(4)供入提纯蒸馏塔C中。经由管线(7)取出的塔底产物为包含更高沸点的次级组分(e)的料流。提纯的乙烯基醚(I)(d)作为塔顶产物经由管线(6)取出。

用于本发明方法中的混合物含有通式(I)的乙烯基醚:



和通式(II)的醇:



其中基团 R^1 和 R^2 各自独立地为具有 2-10 个碳原子的饱和或不饱和、脂族或环脂族基团,且其中醇(II)的沸点比乙烯基醚(I)高至少 1°C , 该沸点在 0.1 绝对 MPa 下测量或为外推至 0.1 绝对 MPa 下的值。

优选醇(II)的沸点比乙烯基醚(I)高至少 2°C , 更优选高至少 5°C , 该沸点在 0.1 绝对 MPa 下测量或为外推至 0.1 绝对 MPa 下的值。

优选的具有 2-10 个碳原子的饱和或不饱和、脂族或环脂族基团 R^1 和 R^2 包括如下基团:

- C_2 - C_{10} 烷基, 例如乙基、1-丙基、2-丙基(异丙基)、1-丁基、2-丁基(仲丁基)、2-甲基-1-丙基(异丁基)、2-甲基-2-丙基(叔丁基)、1-戊基、2-戊基、3-戊基、3-甲基-2-丁基、2-甲基-2-丁基、1-己基、1-庚基、1-辛基、2-乙基-1-己基、1-壬基、1-癸基;
- C_2 - C_{10} 链烯基, 例如乙烯基、1-丙-1-烯基、2-丙-1-烯基、3-丙-1-烯基、1-丁-1-烯基、2-丁-1-烯基、3-丁-1-烯基、4-丁-1-烯基、1-丁-2-烯基、2-丁-2-烯基、3-丁-2-烯基、4-丁-2-烯基;
- C_2 - C_{10} 环烷基, 例如环戊基、2-甲基环戊基、3-甲基环戊基、环己基、2-甲基环己基、3-甲基环己基、4-甲基环己基、环庚基、环辛基;
- C_2 - C_{10} 环烯基, 例如 1-环戊-1-烯基、3-环戊-1-烯基、4-环戊-1-烯基、1-环己-1-烯基、3-环己-1-烯基、4-环己-1-烯基。

在本发明方法中, 特别优选使用如下含有乙烯基醚(I)和醇(II)的混合

物：其中基团 R^1 和 R^2 各自独立地为 C_2 - C_4 烷基，尤其是乙基、1-丙基、2-丙基(异丙基)、1-丁基、2-丁基(仲丁基)、2-甲基-1-丙基(异丁基)和 2-甲基-2-丙基(叔丁基)。

在本发明方法中，非常特别优选使用含有其中基团 R^1 和 R^2 相同的乙烯基醚(I)和醇(II)的混合物。因此非常特别优选使用含有乙烯基醚(I)和醇(II)的下列混合物：

- 乙基乙烯基醚和乙醇；
- 1-丙基乙烯基醚和 1-丙醇；
- 2-丙基乙烯基醚和 2-丙醇；
- 1-丁基乙烯基醚和 1-丁醇；
- 2-丁基乙烯基醚和 2-丁醇；
- 异丁基乙烯基醚和异丁醇；
- 叔丁基乙烯基醚和叔丁醇。

在本发明方法的优选实施方案中，所用的含有乙烯基醚(I)和醇(II)的混合物来自按如下方式进行的乙烯基醚合成：使醇(II)与乙炔在碱性碱金属或碱土金属化合物存在下反应、从来自第一蒸馏塔中的富含醇(II)的塔底产物蒸馏除去低沸点化合物和高沸点化合物，并将提纯的醇(II)再循环到乙烯基醚合成。通过使醇(II)与乙炔在碱性碱金属或碱土金属化合物存在下反应而制备乙烯基醚的合成方法通常是已知的且例如描述于 Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 第 6 版, 2000 电子版, “乙烯基醚-生产”一章中或 W. Reppe 等, Justus Liebigs Ann. Chem., 601(1956), 第 135-138 页及其中所引用的文献中。

在上述优选的本发明方法中，在间壁塔或常规的或具有传热和/或传质的蒸馏塔排列中通过蒸馏从来自第一蒸馏塔的富含醇(II)的塔底产物中除去低沸点化合物和高沸点化合物。特别优选在间壁塔或具有传热和/或传质的蒸馏塔排列中进行所述蒸馏分离。

图 3 示出了本发明的该优选方法的简化方框图。将作为第一蒸馏塔的塔底产物取出的含有醇(II)的料流经由管线(2)送入间壁塔 D 或常规的或具有传热和/或传质的蒸馏塔排列中。该料流在其中分离成经由管线(9)以塔顶

产物取出的低沸点化合物(f)和经由管线(8)以塔底产物取出的高沸点化合物(g)。提纯的醇(II)作为侧流从间壁塔 D 或常规的或具有传热和/或传质的蒸馏塔排列中取出并经由管线(10)再循环到合成段 S 中。

在本发明方法的优选实施方案中,使用含有乙烯基醚(I)和醇(II)的混合物,所述混合物来自通过使醇(II)与乙炔在碱性碱金属或碱土金属化合物存在下反应而进行的乙烯基醚合成,且其中基团 R^1 和 R^2 相同且各自为 C_2-C_4 烷基。该混合物以类似于对图 1 的简化方框图所作说明的方式分离成含有醇(II)的料流和含有乙烯基醚(I)的料流。若因对含有醇(II)的料流所获得的和所需的纯度而需要进一步提纯,则优选以类似于对图 3 的简化方框图所作说明的方式,通过在间壁塔或具有传热和/或传质的蒸馏塔排列中的随后蒸馏而提纯。随后将所得含有醇(II)的料流再循环到合成段中。含有乙烯基醚(I)的料流以类似于对图 2 的简化方框图所作说明的方式,通过随后的蒸馏而提纯并且提纯的乙烯基醚(I)以塔顶产物得到。

在所提到的优选实施方案中,第一蒸馏塔通常具有 5-75 块理论塔板且在 0.01-1 绝对 MPa 的压力(在塔顶测量)和 75-225°C 的温度(在塔底测量)下操作。第二蒸馏塔通常具有 5-75 块理论塔板且在比第一蒸馏塔高 0.1-2MPa 的压力和 75-225°C 的温度(在塔底测量)下操作。若乙烯基醚(I)作为汽提段中的气态侧流从第二蒸馏塔取出,则该侧流通常在第 1 至第 10 块理论塔板的区域内,优选在第 1 至第 2 块理论塔板的区域内。

本发明方法可以尤其以低成本以及就设备和方法而言低不便性分离含有乙烯基醚和醇的混合物,其导致得到提纯的乙烯基醚和醇,装置容量高且没有因加入作为助剂的外来物质而污染乙烯基醚和/或醇的危险。

图 1: 本发明方法的简化方框图

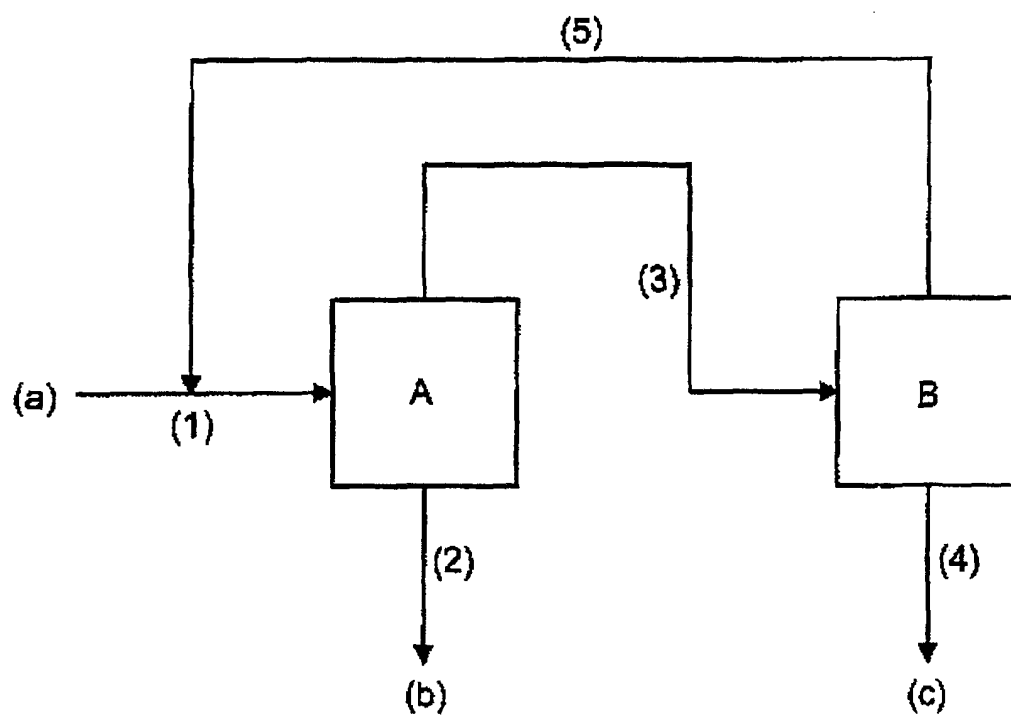


图 2: 本发明的优选方法的简化方框图

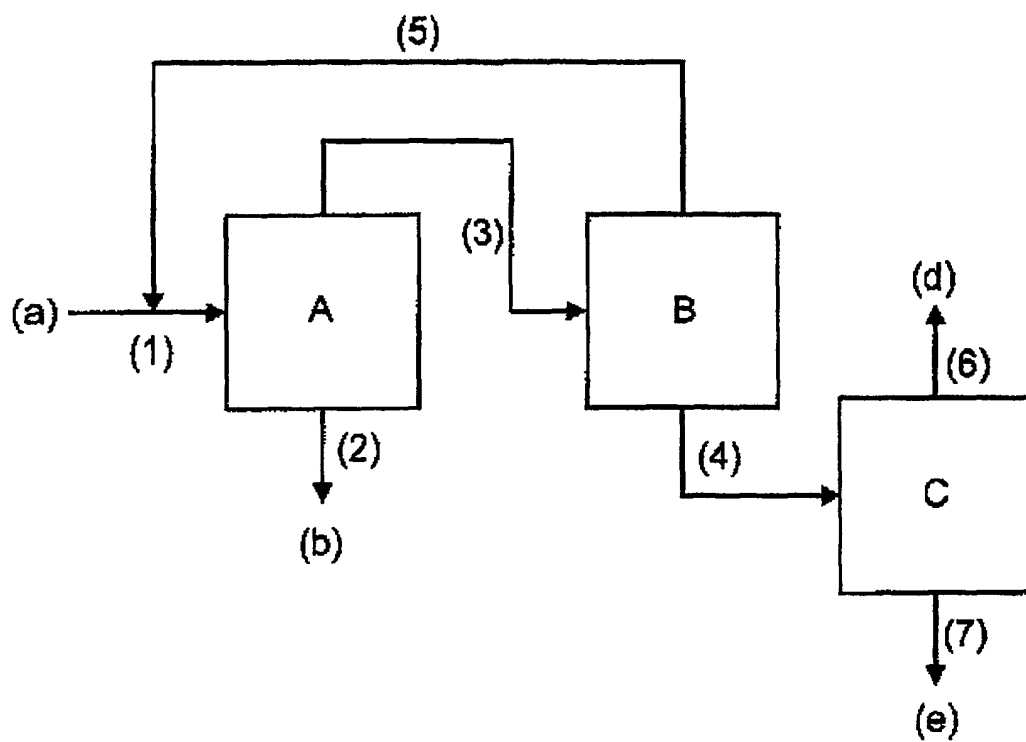
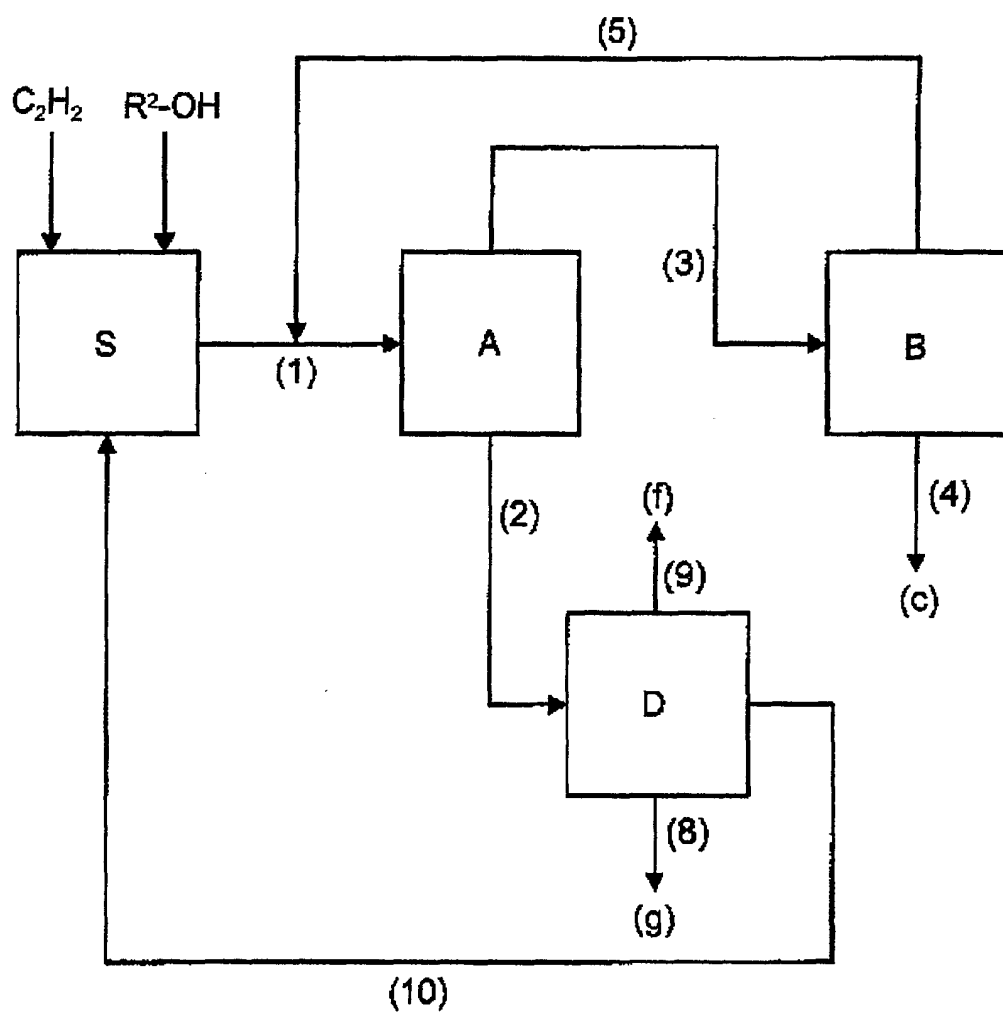


图 3: 本发明的优选方法的简化方框图



1. 一种蒸馏分离含有通式(I)的乙烯基醚和通式(II)的醇的混合物的方法:



其中 R^1 和 R^2 各自独立地为 C_2-C_4 烷基且其中醇(II)的沸点比乙烯基醚(I)高至少 1°C , 该沸点在 0.1 绝对 MPa 下测量或为外推至 0.1 绝对 MPa 下的值, 该方法包括如下步骤:

- a) 将该混合物送入第一蒸馏塔并以塔顶产物取出含有乙烯基醚(I)和醇(II)的共沸物, 以塔底产物取出富含醇(II)的料流;
- b) 将来自第一蒸馏塔的含有乙烯基醚(I)和醇(II)的共沸物送入在比第一蒸馏塔高 0.01-3MPa 的压力下操作的第二蒸馏塔中, 并以塔底产物或在汽提段中的气态侧流取出乙烯基醚(I), 以塔顶产物取出含有乙烯基醚(I)和醇(II)的共沸物; 和
- c) 将来自第二蒸馏塔的含有乙烯基醚(I)和醇(II)的共沸物再循环到第一蒸馏塔中。

2. 根据权利要求 1 的方法, 其中第二蒸馏塔在比第一蒸馏塔高 0.1-2MPa 的压力下操作, 所述压力在塔顶测量。

3. 根据权利要求 1 或 2 的方法, 其中第一蒸馏塔在 $75-225^\circ\text{C}$ 的温度和 0.01-1 绝对 MPa 的压力下操作, 所述温度在塔底测量且所述压力在塔顶测量。

4. 根据权利要求 1-3 中任一项的方法, 其中第二蒸馏塔在 $75-225^\circ\text{C}$ 的温度下操作, 所述温度在塔底测量。

5. 根据权利要求 1-4 中任一项的方法, 其中乙烯基醚(I)作为第二蒸馏塔的汽提段中的气态侧流在理论塔板总数的 25%以下的区域中取出。

6. 根据权利要求 1-5 中任一项的方法, 其中将作为塔底产物或汽提段中的气态侧流从第二蒸馏塔中取出的乙烯基醚(I)送入提纯蒸馏塔中并以塔顶产物从中得到提纯的乙烯基醚(I)。

7. 根据权利要求 1-6 中任一项的方法, 其中使用含有其中基团 R^1 和 R^2 相同的乙烯基醚(I)和醇(II)的混合物。

8. 根据权利要求 7 的方法, 其中所用的含有乙烯基醚(I)和醇(II)的混合物来自通过使醇(II)与乙炔在碱性碱金属或碱土金属化合物存在下反应, 从来自第一蒸馏塔中的富含醇(II)的塔底产物中蒸馏除去低沸点化合物和高沸点化合物, 并将提纯的醇(II)再循环到乙烯基醚合成中而进行的乙烯基醚合成。

9. 根据权利要求 8 的方法, 其中在间壁塔或具有传热和/或传质的蒸馏塔排列中从来自第一蒸馏塔中的富含醇(II)的塔底产物蒸馏除去低沸点化合物和高沸点化合物。