



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102728090 B

(45) 授权公告日 2015. 02. 25

(21) 申请号 201210237401. X

C07C 33/042(2006. 01)

(22) 申请日 2012. 07. 10

C07C 29/80(2006. 01)

C07C 29/78(2006. 01)

(73) 专利权人 东北制药集团股份有限公司

地址 110027 辽宁省沈阳市沈阳经济技术开发区昆明湖街 8 号

(56) 对比文件

WO 0060293 A1, 2000. 10. 12,

CN 101143807 A, 2008. 03. 19,

CN 101195561 A, 2008. 06. 11,

(72) 发明人 汲涌 张春玲 刘宪成 侯凤阳

王远航 吕栋英 陈阳 巴剑华

高云生 魏志君

审查员 徐燕

(74) 专利代理机构 沈阳维特专利商标事务所

(普通合伙) 21229

代理人 甄玉荃

(51) Int. Cl.

B01D 3/14(2006. 01)

B01D 1/00(2006. 01)

C07C 33/046(2006. 01)

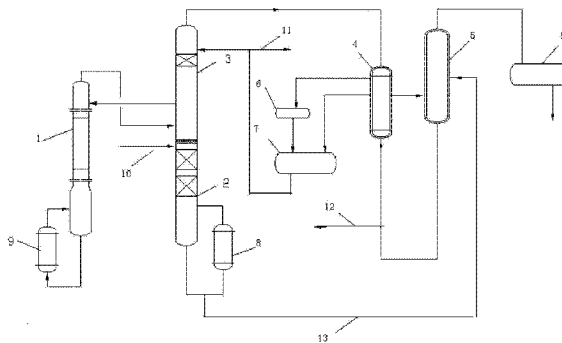
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

一种分离丙炔醇的分馏设备及其方法

(57) 摘要

一种应用于化工分离领域中的分离丙炔醇的分馏设备及其方法,由夹壁塔、精馏塔提馏段、精馏塔精馏段、精馏塔冷凝器、真空蒸发器、精馏塔尾冷器、回流罐、加热器、真空蒸发器冷却器等组成,夹壁塔由提馏段构成,在夹壁塔顶部设有碱液进料口;精馏塔由精馏塔提馏段、精馏塔精馏段构成,在精馏塔提馏段、精馏塔精馏段之间设有混合物进料口及除雾器;夹壁塔与精馏塔耦合相连,夹壁塔和精馏塔分别连有一个加热器,精馏塔连有精馏塔冷凝器,精馏塔冷凝器与精馏塔尾冷器和回流罐相连,回流罐通过第一管道与精馏塔塔顶相连并连有丙炔醇采出管道。该发明取消浓缩工序,实现浓缩及丙炔醇提浓一体化,简化丙炔醇和丁炔二醇的分离工序,提高生产效率,采用热耦合和热网络等多效节能技术,产品质量得以提高。



CN 102728090 B

1. 一种分离丙炔醇的分馏方法,其特征在于:该制备方法包括如下步骤:将含有丙炔醇的混合物连续送入精馏塔中,同时加入碱液,所述混合物料中的液相通过精馏塔提馏段除去丙炔醇后进入真空蒸发器中,将丁炔二醇提浓后采出;所述混合物中的汽相通过精馏塔精馏段进入精馏塔冷凝器,冷凝后进入回流罐中,再由回流泵采出丙炔醇;所述分馏方法,进入回流罐中的另一部分液相回流进入精馏塔顶,不进入精馏塔提馏段,全部进入夹壁塔提馏段,除去丙炔醇后作为废水排出;所述分馏方法,该精馏塔的塔压为 0-0.5MPa,塔顶温度为 90-110°C,真空蒸发器真空度 -0.06MPa ~ -0.095MPa。

2. 根据权利要求 1 所述的一种分离丙炔醇的分馏方法,其特征在于:通过三级预热器将丙炔醇混合物送入精馏塔提馏段与精馏塔精馏段之间的塔内。

3. 根据权利要求 1 所述的一种分离丙炔醇的分馏方法,其特征在于:所述分馏方法,该含有丙炔醇的混合物为含有丙炔醇、丁炔二醇、甲醛、甲酸、甲醇及水的混合物。

4. 根据权利要求 1 所述的一种分离丙炔醇的分馏方法,其特征在于:碱液为氢氧化钠或液氨。

5. 一种根据权利要求 1 所述的分离丙炔醇的分馏方法的分馏设备,由夹壁塔、精馏塔提馏段、精馏塔精馏段、精馏塔冷凝器、真空蒸发器、精馏塔尾冷器、回流罐、加热器、真空蒸发器冷却器、混合物进料口、第一管道、第二管道、第三管道组成,夹壁塔由提馏段构成,精馏塔由精馏塔提馏段、精馏塔精馏段构成,夹壁塔和精馏塔分别连有一个加热器,精馏塔连有精馏塔冷凝器,其特征在于:在夹壁塔顶部设有碱液进料口;在精馏塔提馏段、精馏塔精馏段之间设有混合物进料口及除雾器;夹壁塔与精馏塔耦合相连,精馏塔冷凝器与精馏塔尾冷器和回流罐相连,回流罐通过第一管道与精馏塔塔顶相连并连有丙炔醇采出管道;真空蒸发器通过第三管道与精馏塔耦合相连,真空蒸发器连有丁炔二醇采出第二管道并连有真空蒸发器冷却器。

6. 根据权利要求 5 所述的一种分离丙炔醇的分馏设备,其特征在于:真空蒸发器的加热器采用精馏塔塔顶蒸汽作为热源。

一种分离丙炔醇的分馏设备及其方法

[0001] 本发明涉及本发明涉及化工分离领域中一种分离丙炔醇的分馏设备及其方法。

背景技术

[0002] 丙炔醇是重要的化工原料,主要用于医药化工、电镀农药及石油钻探等各个行业。目前,丙炔醇的工业化生产基本上是采用 Reppe 法生产工艺,该法是德国学者 Reppe 与该国 IG 公司于 1937 年首先开发成功的,以甲醛水溶液和乙炔为原料,乙炔铜为催化剂联产丙炔醇和丁炔二醇,提高反应乙炔分压,丙炔醇的产成比例相应提高,因此,当目的产物是丙炔醇时,一般采用 1.0-2.0MPa 乙炔压力,反应产物中丙炔醇含量一般在 2-5%,丁炔二醇 3-10%,水含量在 90% 以上。为将丙炔醇从含有丙炔醇、丁炔二醇、甲醛、甲醇及水等混合物中分离出来,一般采用两道工序,即含有丙炔醇的混合物先进入浓缩釜分离丁炔二醇和然后进入精馏塔提浓丙炔醇。在浓缩工序中,丙炔醇、水及甲醇等轻组分从进料混合物中分离出来,高沸点丁炔二醇留在釜内,为使丁炔二醇中残余的丙炔醇及甲醛小于 0.1%,丁炔二醇浓度需达到 80% 以上,整个过程间歇进行,效率低,能耗大且浓缩釜加热器结垢严重,不易清除。从浓缩釜中蒸出的丙炔醇、水及甲醇等轻组分冷却后送入精馏塔中提浓,利用丙炔醇与水共沸,将丙炔醇溶液提浓至 25-45%。为减少甲醛、甲酸等物质对设备的腐蚀以及对后部丙炔醇共沸脱水获得高纯度丙炔醇的影响,一般在提浓塔进料时添加碱如氢氧化钠或液氨等。以上过程,丁炔二醇需高温下过度浓缩以除去丙炔醇,甲醛等低沸点杂质,同时 90% 的水反复蒸馏冷却,能耗很大。因此,研制开发一种分离丙炔醇的分馏设备及其方法一直是亟待解决的新课题。

发明内容

[0003] 本发明的目的在于提供一种分离丙炔醇的分馏设备及其方法,取消浓缩工序,实现浓缩及丙炔醇提浓一体化,简化丙炔醇和丁炔二醇的分离工序,提高生产效率,采用热耦合和热网络等多效节能技术,通过精馏塔与夹壁塔耦合,精馏塔和真空蒸发器的耦合,热量得到综合利用,冷却水及蒸汽消耗大幅度降低,丁炔二醇逐步提浓,受热时间及加热温度较原工艺大幅下降,丁炔二醇聚合减少,产品质量得以提高。

[0004] 本发明的目的是这样实现的:一种分离丙炔醇的分馏设备,由夹壁塔、精馏塔提馏段、精馏塔精馏段、精馏塔冷凝器、真空蒸发器、精馏塔尾冷器、回流罐、加热器、真空蒸发器冷却器、混合物进料口、第一管道、第二管道、第三管道组成,夹壁塔由提馏段构成,在夹壁塔顶部设有碱液进料口;精馏塔由精馏塔提馏段、精馏塔精馏段构成,在精馏塔提馏段、精馏塔精馏段之间设有混合物进料口及除雾器;夹壁塔与精馏塔耦合相连,夹壁塔和精馏塔分别连有一个加热器,精馏塔连有精馏塔冷凝器,精馏塔冷凝器与精馏塔尾冷器和回流罐相连,回流罐通过第一管道与精馏塔塔顶相连并连有丙炔醇采出管道;真空蒸发器通过第三管道与精馏塔耦合相连,真空蒸发器连有丁炔二醇采出第二管道并连有真空蒸发器冷却器;真空蒸发器的加热器采用精馏塔塔顶蒸汽作为热源;一种分离丙炔醇的分馏方法,该制备方法包括如下步骤:将含有丙炔醇的混合物连续送入精馏塔中,同时加入

碱液,所述混合物料中的液相通过精馏塔提馏段除去丙炔醇后进入真空蒸发器中,将丁炔二醇提浓后采出;所述混合物中的汽相通过精馏塔精馏段进入精馏塔冷凝器,冷凝后进入回流罐中,再由回流泵采出丙炔醇;所述分馏方法,进入回流罐中的另一部分液相回流进入精馏塔顶,不进入精馏塔提馏段,全部进入夹壁塔提馏段,除去丙炔醇后作为废水排出;可通过三级预热器将丙炔醇混合物送入精馏塔提馏段与精馏塔精馏段之间的塔内;所述分馏方法,该含有丙炔醇的混合物为含有丙炔醇、丁炔二醇、甲醛、甲酸、甲醇及水的混合物;所述分馏方法,该精馏塔的塔压为 0-0.5MPa,塔顶温度为 90-110℃,真空蒸发器真空度 -0.06MPa ~ -0.095MPa;碱液为氢氧化钠或液氨。

[0005] 本发明的要点在于它的分馏设备及方法。其原理是:首先将热敏性物质丙炔醇从混合物中分离出来;夹壁塔与精馏塔耦合,提高设备分离能力;真空蒸发器与精馏塔耦合,不需额外补充热源。为防止添加的碱如氢氧化钠或液氨及产生的副产物进入精馏塔底部的丁炔二醇中,对后部加氢造成影响,本发明将碱添加的位置,调整到夹壁塔顶部,并在精馏塔内设置了特殊的塔内件,从而保障了丙炔醇和丁炔二醇的质量。割掉了浓缩工序,实现了浓缩及丙炔醇提浓一体化,简化了丙炔醇和丁炔二醇的分离工序,提高了生产效率。采用了热耦合和热网络等多效节能技术,通过精馏塔与夹壁塔耦合,精馏塔和真空蒸发器的耦合,热量得到综合利用,冷却水及蒸汽消耗大幅度降低。同时,由于丁炔二醇逐步提浓,受热时间及加热温度较原工艺大幅下降,丁炔二醇聚合减少,产品质量得以提高。

[0006] 一种分离丙炔醇的分馏设备及其方法与现有技术相比,具有取消浓缩工序,实现浓缩及丙炔醇提浓一体化,简化丙炔醇和丁炔二醇的分离工序,提高生产效率,采用热耦合和热网络等多效节能技术,通过精馏塔与夹壁塔耦合,精馏塔和真空蒸发器的耦合,热量得到综合利用,冷却水及蒸汽消耗大幅度降低,丁炔二醇逐步提浓,受热时间及加热温度较原工艺大幅下降,丁炔二醇聚合减少,产品质量得以提高等优点,将广泛的应用于化工分离领域中。

附图说明

[0007] 下面结合附图及实例对本发明进行详细说明。

[0008] 图 1 是本发明的丙炔醇与丁炔二醇分离设备示意图。

[0009] 图 2 是原有丙炔醇与丁炔二醇浓缩、分离设备示意图。

具体实施方式

[0010] 参照附图,以下实施例将有助于对本发明的了解,但这些实施例仅为了对本发明加以说明,本发明并不限于这些内容。

[0011] 一种分离丙炔醇的分馏设备,由夹壁塔 1、精馏塔提馏段 2、精馏塔精馏段 3、精馏塔冷凝器 4、真空蒸发器 5、精馏塔尾冷器 6、回流罐 7、加热器 8、真空蒸发器冷却器 9、混合物进料口 10、第一管道 11、第二管道 12、第三管道 13 组成,夹壁塔 1 由提馏段构成,在夹壁塔 1 顶部设有碱液进料口;精馏塔由精馏塔提馏段 2、精馏塔精馏段 3 构成,在精馏塔提馏段 2、精馏塔精馏段 3 之间设有混合物进料口 10 及除雾器;夹壁塔 1 与精馏塔耦合相连,夹壁塔 1 和精馏塔分别连有一个加热器 8,精馏塔连有精馏塔冷凝器 4,精馏塔冷凝器 4 与精馏塔尾冷器 6 和回流罐 7 相连,回流罐 7 通过第一管道 11 与精馏塔塔顶相连并连有丙炔醇

采出管道；真空蒸发器 5 通过第三管道 13 与精馏塔耦合相连，真空蒸发器 5 连有丁炔二醇采出第二管道 12 并连有真空蒸发器冷却器 9；真空蒸发器 5 的加热器 8 采用精馏塔塔顶蒸汽作为热源；一种分离丙炔醇的分馏方法，该制备方法包括如下步骤：将含有丙炔醇的混合物连续送入精馏塔中，同时加入碱液，所述混合物料中的液相通过精馏塔提馏段 2 除去丙炔醇后进入真空蒸发器 5 中，将丁炔二醇提浓后采出；所述混合物中的汽相通过精馏塔精馏段 3 进入精馏塔冷凝器 4，冷凝后进入回流罐 7 中，再由回流泵采出丙炔醇，分离得到的丙炔醇的浓度为 25-45%；进入回流罐 7 中的另一部分液相回流进入精馏塔顶，不进入精馏塔提馏段 2，全部进入夹壁塔 1 提馏段，除去丙炔醇后作为废水排出；将丙炔醇混合物通过三级预热器送入精馏塔提馏段 2 与精馏塔精馏段 3 之间的塔内；该含有丙炔醇的混合物为含有丙炔醇、丁炔二醇、甲醛、甲醇及水的混合物；该精馏塔的塔压为 0-0.5MPa，塔顶温度为 90-110℃，真空蒸发器真空度 -0.06MPa ~ -0.095MPa；碱液为氢氧化钠或液氨。

[0012] 下面结合实施例对本发明作进一步具体描述：

[0013] 由真空蒸发器 5 底部采出的丁炔二醇直接用于或进一步处理后用于加氢，真空蒸发器 5 所需的热量由精馏塔塔顶蒸出的丙炔醇蒸汽提供。图 1 中精馏塔与夹壁塔 1 耦合是图 2 中浓缩釜 14 和精馏塔 15 有机结合组成的新流程。图 1 中精馏塔的下半部分恰好是图 2 的浓缩釜，上半部分恰好是图 2 中的精馏塔。由此可见本发明割掉了浓缩工序，实现了浓缩及丙炔醇提浓一体化，简化了丙炔醇和丁炔二醇的分离工序，提高了生产效率。在图 1 中，精馏塔冷凝器 4 既是精馏塔的冷凝器也是真空蒸发器的再沸器，由此实现精馏塔与真空蒸发器 5 的耦合，热量得到综合利用，冷却水及蒸汽消耗大幅度降低。与图 2 原有流程相比，由于丁炔二醇逐步提浓，受热时间及加热温度大幅下降，丁炔二醇聚合减少，产品质量得以提高。

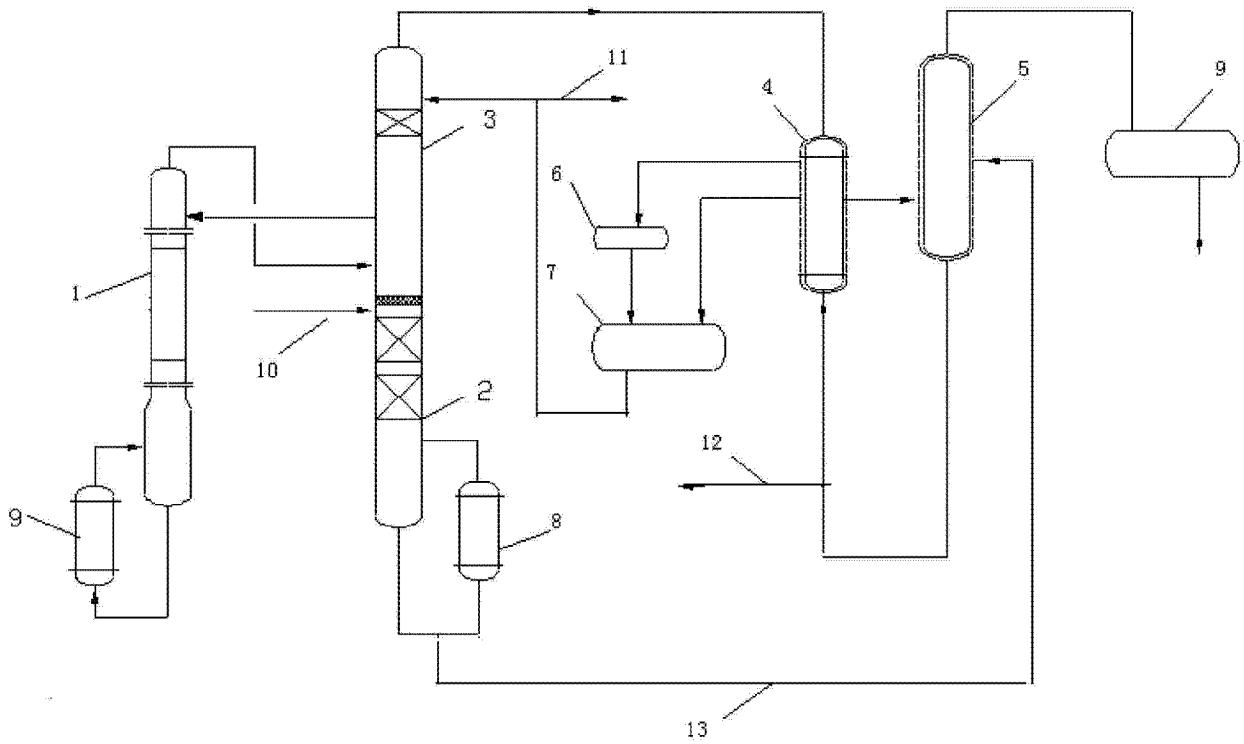


图 1

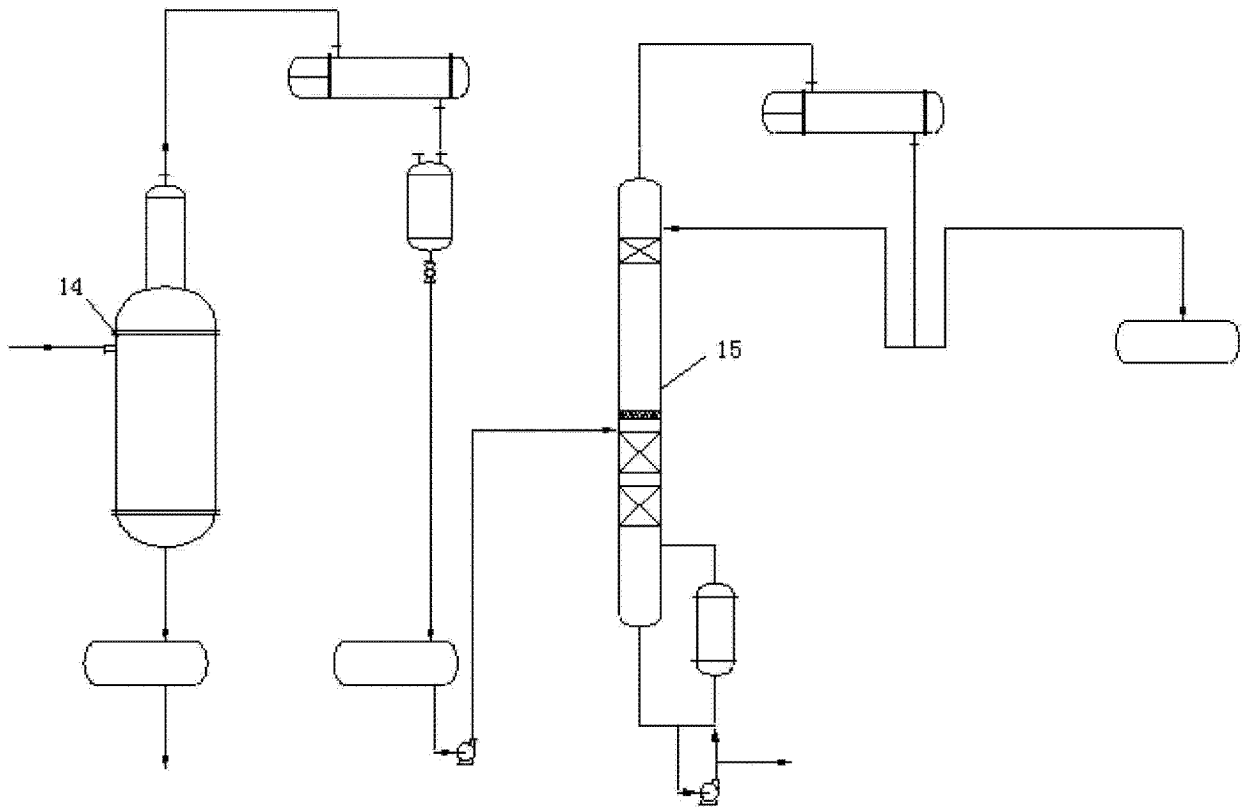


图 2