(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 102381973 B

(45)授权公告日 2014.01.29

(21)申请号 201110277777.9

(22)申请日 2011.09.19

(73)专利权人 南京大学

地址 210093 江苏省南京市汉口路 22 号

(72)发明人 张志炳 周政 吴平铿 杨高东 刘小娟

(74)专利代理机构 南京知识律师事务所 32207

代理人 黄嘉栋

(51)Int.Cl.

C07C 69/68(2006.01)

C07C 67/48(2006.01)

(56)对比文件

US 2005096481 A1,2005.05.05, 说明书第 1-55 段 .

CN 1723187 A,2006.01.18, 说明书第 1 页第 1 行至第 7 页第 14 行 .

CN 1720215 A,2006.01.11, 说明书第 1 页第 1 行至第 5 页第 30 行 .

审查员 吴洪雨

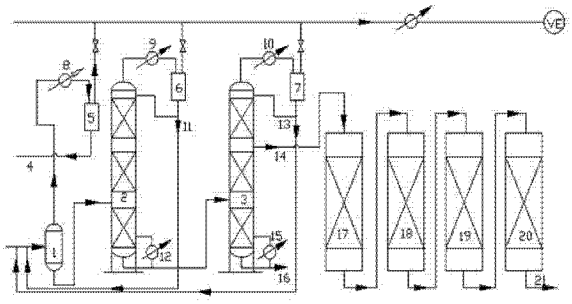
权利要求书1页 说明书7页 附图1页

(54)发明名称

一种超高纯度(电子级)乳酸酯类产品的生产工艺

(57)摘要

一种电子级乳酸酯类产品的生产工艺,它是由闪蒸系统-脱轻精馏系统与半成品精馏系统-活性炭脱色系统-离子交换系统所组成。乳酸酯的全程回收率大于 98%。乳酸酯的纯度高达 99.9999% 以上,金属离子含量低于 3ppb,无色。完全能满足电子工业的高要求。本发明流程中的轻组分回到闪蒸器重新处理,第二塔重组分集中处理,大幅度地提高了成品收率,减少了残渣排放量,提高了过程的经济性和处理成本。



CN 102381973 B

1. 一种电子级乳酸酯类产品的生产工艺，其特征是它包括以下步骤：

步骤 1. 将 99.0% 以上纯度的食品级或纯度相当的其它级别的乳酸酯（以下简称乳酸酯粗品）加入闪蒸器（1）中，通过减压闪蒸操作，溶剂中所含的 15%~65% 的水份和醇类将以气态从闪蒸器（1）顶部蒸发出，经顶部冷凝器冷凝后排出，闪蒸器（1）内的液相物料从闪蒸器（1）底部排出，并被送至脱轻塔（2）进一步处理，闪蒸器（1）的操作压力控制在 5~100KPa；操作温度为 68~142℃；

步骤 2. 在脱轻塔（2）中，物料中剩余的水份和醇类基本上得到清除，并从塔顶馏出，由于其中含有乳酸酯，故其被送至闪蒸器（1）再次循环分离，而自脱轻塔（2）底部排出的物料则送入精制塔（3）进一步精制，所述的脱轻塔（2）为填料塔，或填料塔与板式塔的组合塔，理论塔板数为 20~200 块，塔顶操作压力为 5~60KPa，塔顶操作温度为 34~102℃，塔顶回流比为 10.0~100.0；

步骤 3. 在精制塔（3）中，残留在物料中的极微量水份和醇将在塔顶被采出并循环返回到闪蒸器中，精制塔（3）上部侧线则采出超高纯度的乳酸酯半成品，采出位置距离塔顶的理论塔板数为 5~20 块，它被送去活性炭脱色系统进一步处理；精制塔（3）底部采出的是少量乳酸酯和乳酸以及由乳酸酯粗品带入的被浓缩的金属离子、全部高沸物、固形物；所述的精制塔（3）为填料塔，或填料塔与板式塔的组合塔，理论塔板数为 30~200 块，塔顶操作压力为 5~60KPa，塔顶操作温度为 70~137℃，塔顶回流比为 0.05~3.0；

步骤 4. 在精制塔上部侧线采出的超高纯度的乳酸酯半成品，即送去活性炭脱色系统（17）进一步处理，以脱除其中的色素杂质或其它杂质成分，使产品的色度达到要求，所用的活性炭为椰壳活性炭，或其它比表面积相当于 1000-3000m^2/g 的活性炭；

步骤 5. 经过脱色之后的超高纯度的乳酸酯半成品，再进入离子交换系统，分别去除阳离子和阴离子，或其它含金属离子的中性杂质，最后，由离子交换系统输出的乳酸酯产品是纯度高于 99.9999%、金属离子含量低于 3ppb、无色的电子级乳酸酯产品，所述的离子交换系统的三个离子交换柱（18、19 和 20）分别填装 Amberlite IR120 Na 型阳离子交换树脂、Amberlite IRA402 Cl 型阴离子交换树脂以及 AmberliteTM XAD4 型大孔吸附树脂。

2. 根据权利要求 1 所述的电子级乳酸酯类产品的生产工艺，其特征是：步骤 1 所述的闪蒸器（1）的操作压力为 10~60KPa；操作温度为 80~130℃。

3. 根据权利要求 1 所述的电子级乳酸酯类产品的生产工艺，其特征是：步骤 2 所述的脱轻塔的理论塔板数为 30~120 块；脱轻塔塔顶操作压力为 10~40KPa；操作温度为 50~90℃；脱轻塔的回流比为 13~55。

4. 根据权利要求 1 所述的电子级乳酸酯类产品的生产工艺，其特征是：步骤 3 所述的精制塔的理论塔板数为 40~150 块；精制塔塔顶操作压力为为 10~40KPa；操作温度为 80~120℃；精制塔的回流比为 0.3~1.5；采出位置距离塔顶的理论塔板数为 6~15 块。

5. 根据权利要求 1 所述的电子级乳酸酯类产品的生产工艺，其特征是：生产车间为无尘车间，经 GMP 设计和认证；成品经无尘灌装密封和储存。

一种超高纯度(电子级)乳酸酯类产品的生产工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及一种超高纯度(电子级)乳酸酯类产品的生产工艺。

背景技术

[0002] 乳酸酯类主要指乳酸甲酯、乳酸乙酯和乳酸丁酯,是乳糖、淀粉等糖类经乳酸菌发酵产生的乳酸分别和甲醇、乙醇及丁醇酯化的产物。乳酸酯类是一类生物可降解并且无毒的溶剂,极具替代一些传统溶剂的能力,因为其具有许多优良的物理化学性能,比如:(1)对树脂(硝化纤维、丙烯酸类树脂、聚氨基甲酸酯、聚酯、醇酸树脂、环氧树脂等)有极好的溶解能力;(2)在水中相对较高的溶解度以及在大多数有机溶剂中良好的溶解性;(3)相对低的挥发度使其可以有效地应用于表面处理;(4)相对高的沸点使其可以有效地应用于高温环境中。乳酸酯类既可单独使用又可作为清洗溶剂的配方,用于多种精密机械的清洗以及进行表层涂层之前的清洗。 乳酸酯类作为清洗剂具有使用中损耗小,经济性好,对被清洗物无不良影响,无毒,易生物降解等优点,是ODS (Ozone Depleting Substances)溶剂型清洗剂的一种新型替代清洗剂。它在电子工业中得到广泛应用,可用于对各种光盘、液晶显示器、磁头、芯片、电路板基、模块的清洗;也可用于光学镜头、印刷网板、油墨、金属的清洗。

[0003] 目前国产乳酸酯类只能作为添加剂用于食品等行业。乳酸酯类中存在的乳酸副产物很难与乳酸酯类分离,蒸馏得到的乳酸酯类其颜色也不能满足使用要求。其他的杂质如丙酮酸酯也很难通过普通精馏分离,也难以通过活性炭解决。乳酸酯类在制备过程中会带入金属离子和非金属离子的污染,根据不同的制备方法,最高可达500pm。而电子级的乳酸酯类需要独特的高纯度(质量含量99.5%以上)及极低金属含量(10ppb以下)以满足半导体工业对高质量的要求。因而在实际应用中,生产质量高并且稳定的乳酸酯类产品是非常重要的。

[0004] 鉴于此,发展一种对乳酸酯类进行超高纯净化处理的新技术很有必要。

发明内容

[0005] 本发明的目的是提供一种纯化乳酸酯类产品,即乳酸甲酯、乳酸乙酯和乳酸丁酯的新技术,以获得其超高纯度的电子级乳酸酯产品,纯度高于99.9999%,金属离子含量低于3ppb,可为半导体工业提供高质量的溶剂及清洗剂。

[0006] 为实现上述目标,本发明的技术方案如下:

[0007] 一种电子级乳酸酯类产品的生产工艺,它是由闪蒸系统-脱轻与半成品精馏系统-活性炭脱色系统-离子交换系统所组成。 其流程如图1所示,它包括以下步骤:

[0008] (1)将含有复杂杂质组分的99.0%以上纯度的食品级乳酸酯加入闪蒸器中,通过减压闪蒸操作,原料中所含的部分水份和醇类等低沸物将以气态从闪蒸器顶部蒸发出,经顶部冷凝器冷凝后排出,闪蒸器内的液相物料从闪蒸器底部排出,并被送至脱轻塔进一步精馏分离,闪蒸器的操作压力控制在5~100KPa,优选的为10~60KPa;操作温度为68~142℃,优选的为80~130℃;

[0009] 本发明工艺所述的乳酸酯粗品经过闪蒸器操作，目的是脱除乳酸酯粗品所含的15~65%的水份和醇类等低沸物，并以脱除水份和醇类等低沸物总量的20~45%为优。这样既减轻了脱轻塔的处理负荷，缩小了脱轻塔及其附件的设备投资，又可大幅度降低全过程的能量消耗；

[0010] （2）减压闪蒸后的乳酸酯进入脱轻塔，在脱轻塔中，物料中剩余的水份和醇等低沸物几乎全部得到清除，并从塔顶馏出，由于其中含有乳酸酯，故它将被送至闪蒸器再次循环分离，而自脱轻塔底部排出的物料则送入精制塔进一步精制；

[0011] 上述脱轻塔一般为填料塔，或填料塔与板式塔的组合塔，材质主要是不锈钢，特殊情况下也可采用陶瓷，四氟乙烯等，理论塔板数为20~200块，优选为30~120块，脱轻塔塔顶操作压力为5~60KPa，优选的为10~40KPa；操作温度为34~102℃，优选的为50~90℃；脱轻塔的回流比为10~100，优选的为13~55；

[0012] （3）脱轻塔底部排出的物料在精制塔中精馏，塔顶采出物料中残存的极微量的水、醇等轻组分，并在该塔精馏段的上部侧线采出超高纯度的乳酸酯半成品（其纯度为99.99992%以上）。该超高纯度的乳酸酯半成品则被送去活性炭脱色系统进一步处理；

[0013] 而从精制塔底部采出的则是少量乳酸酯和乳酸，以及由乳酸酯粗品带入的被浓缩的全部高沸物、固形物、机械杂质等各种未被汽化去除的杂质，它将由塔釜排出并送至残液储罐收存，并集中处理；

[0014] 所述的精制塔一般也为填料塔，或填料塔与板式塔的组合塔，材质主要是不锈钢，特殊情况下也可采用陶瓷，四氟乙烯等，理论塔板数为30~200块，优选为40~150块，精制塔塔顶操作压力为5~60KPa，优选的为10~40KPa；操作温度为70~137℃，优选的为80~120℃；精制塔的回流比为0.05~3.0，优选为0.3~1.5；

[0015] 精制塔上部侧线采出超高纯度的乳酸酯半成品时，采出方式既可汽相也可液相，以液相采出为优，采出位置距离塔顶的理论塔板数为5~20块，优选的为6~15块；

[0016] （4）在精制塔上部侧线采出的超高纯度的乳酸酯半成品，进入活性炭脱色系统，以脱除其中的色素杂质或其它杂质成分，使产品的色度达到要求。所用的活性炭最好为椰壳活性炭，或其它比表面积相当于1000-3000m^2/g的活性炭；

[0017] （5）经过脱色之后的超高纯度的乳酸酯半成品，再进入离子交换系统，分别去除阳离子（金属离子等）和阴离子（氯离子等），或其它含金属离子的中性杂质，在离子交换系统中，物料中的金属离子和氯离子以及其他含金属离子的中性杂质等基本上得到清除，离子交换系统是一个由阳离子、阴离子和非阴非阳离子交换柱组成的系统；所述的三个离子交换柱分别填装Amberlite IR120 Na型阳离子交换树脂、Amberlite IRA402 Cl型阴离子交换树脂以及Amberlite™ XAD4型大孔吸附树脂或其它性能与其相当的离子交换树脂和吸附树脂，最后，由离子交换系统输出的乳酸酯产品是纯度高于99.9999%以上、金属离子含量低于3ppb、无色的电子级乳酸酯产品。

[0018] 上述的生产工艺，在生产过程中的原料储罐和产品储罐需充氮气加以保护，所有设备密封良好，不得在负压操作时漏气，设备内表面在制造过程和安装结束后投料生产前必须先酸洗，碱洗，高纯水洗（去除阴阳离子的水）后，再经清洁的热空气干燥后待用。

[0019] 上述的生产工艺，生产车间需无尘车间，经GMP设计和认证；成品经无尘灌装密封和储存。

[0020] 本发明的电子级乳酸酯类产品的生产工艺与装置，以 99.0% 以上纯度的食品级或纯度相当的其它级别的乳酸酯为原料，可以得到纯度高于 99.9999%，金属离子含量低于 3ppb 和无色（≤ 5 号色标）的电子级乳酸酯。

[0021] 本发明的特点是，采用闪蒸 - 两塔精馏 - 活性炭脱色 - 离子交换和无尘灌装储存等集成技术，生产超高纯度（如电子级）的乳酸酯类产品。乳酸酯的全程回收率大于 98%。乳酸酯的纯度高达 99.9999% 以上，金属离子含量低于 3ppb，无色。完全能满足电子工业的高要求。本发明流程中的轻组分回到闪蒸器重新处理，第二塔重组分集中处理，大幅度地提高了成品收率，减少了残渣排放量，提高了过程的经济性和处理成本。

附图说明

[0022] 图 1 为本发明的一种电子级乳酸酯类产品的生产工艺流程示意图，其中 ：1- 闪蒸器 ；2- 脱轻塔 ；3- 精制塔 ；4、11、13 废液出口 ；5、6、7- 收集罐 ；8、9、10- 冷凝器 ；12、15- 塔底再沸器 ；14- 高纯度乳酸酯半成品采出口 ；16- 残渣出口 ；17- 脱色柱 ；18- 阳离子交换柱 ；19- 阴离子交换柱 ；20- 非阴非阳离子交换柱 ；21- 超高纯乳酸酯产品出口。

具体实施方式

[0023] 下面通过实施例对本发明进行具体描述，但不能理解为对本发明专利保护范围的限制。

[0024] 实施例 1

[0025] （1）将乳酸甲酯粗品以 150kg/h 的速率送入闪蒸器，其中含有甲醇为 4200 mg/kg，水为 3060 mg/kg，乳酸为 1290 mg/kg，乳酸甲酯质量含量为 99.1%，金属离子及重组份杂质含量为 450 mg/kg。闪蒸器的操作压力为 10KPa，操作温度约为 84℃。在闪蒸器中，乳酸甲酯粗品中 65% 左右的水份和甲醇等低沸物得以脱除。闪蒸器底部的溶液以 118.95kg/h 流量经泵送入脱轻塔中部。脱轻塔内装有 SS304 不锈钢丝网规整填料，理论板数为 92 块，塔内径为 0.13m，塔顶操作压力为 10KPa，温度约为 46℃。水份和甲醇等低沸物自塔顶馏出，回流比为 25.0。乳酸甲酯、重组份等以 118.45kg/h 流量从脱轻塔釜排出，经泵送至精制塔的进料口。

[0026] （2）精制塔内件采用 SS316L 不锈钢丝网规整填料，理论板数为 135 块，塔内径为 0.30m，塔顶操作压力为 10KPa，温度为 87℃。精制塔的顶部采出含微量水份和甲醇等低沸物的乳酸甲酯，被送去闪蒸器循环分离，操作回流比为 3.0。超高纯度的乳酸甲酯（质量含量为 99.999956%）以 118.02kg/h 流量自塔上部侧线液相采出（采出口位置距离塔顶的理论塔板数为 16 块），再送去活性炭脱色系统脱色。活性炭脱色系统为固定床脱色柱，柱高 2 米，活性炭填装高度为 1.6 米，直径 0.5 米。活性炭为椰壳型活性炭，比表面积为 2800m^2/g。经脱色后，物料为无色液体（≤ 5 号色标）。

[0027] 之后，物料再送去离子交换系统，分别经阴、阳、非阴非阳离子交换树脂处理后，即可得到 99.999981% 以上的电子级乳酸甲酯产品（其中水份含量低于 3.5mg/kg，甲醇含量低于 1.4mg/kg，乳酸含量低于 7.6 mg/kg，金属离子含量低于 2.5μg/kg）。阴、阳、非阴非阳离子交换柱的柱高均为 2 米，直径为 0.53 米，分别填充的树脂为 Amberlite IR120 Na 型阳离子交换树脂、Amberlite IRA402 Cl 型阴离子交换树脂以及 Amberlite™ XAD4 型大孔吸附

树脂。

[0028] 釜残液则以 0.43kg/h 流量从塔釜排出，并被送入残液储罐待积累到一定量后集中处理。

[0029] 合格产品则被送入有氮封的产品储罐，并在外运时通过自动灌装机经无尘灌装密封后装运。

[0030] 实施例 2

[0031] (1)将乳酸乙酯粗品以 100kg/h 的速率送入闪蒸器，其中含有乙醇为 3070mg/kg，水为 2130mg/kg，乳酸为 1420mg/kg，乳酸乙酯质量含量为 99.3%，金属离子及重组份杂质含量为 380mg/kg。闪蒸器的操作压力为 5KPa，操作温度约为 68℃。乳酸乙酯粗品中的 15% 左右的水份和乙醇等低沸物得以脱除。闪蒸器底部的溶液以 91.41kg/h 流量经泵送入脱轻塔中部。脱轻塔内装有 SS304 不锈钢丝网规整填料，理论板数为 20 块，塔内径为 0.1m，塔顶操作压力为 5KPa，温度约为 34℃。水份和乙醇等低沸物自塔顶馏出，回流比为 75.0。乳酸乙酯及重组份等以 90.91kg/h 流量从脱轻塔釜排出，经泵送至精制塔的进料口。

[0032] (2)精制塔塔内件采用 SS316L 不锈钢丝网规整填料，理论板数为 30 块，塔内径为 0.26m，塔顶操作压力为 5KPa，温度为 70℃。精制塔的顶部采出含少量水份和乙醇等低沸物的乳酸乙酯，被送去闪蒸器循环分离，操作回流比为 0.8。超高纯度的乳酸乙酯(质量含量为 99.99994%)以 90.40kg/h 流量自塔上部侧线液相采出(采出口位置距离塔顶的理论塔板数为 5 块)，再送去活性炭脱色系统脱色。活性炭脱色系统为固定床脱色柱，柱高 2 米，活性炭填装高度为 1.6 米，直径 0.41 米。活性炭为椰壳型活性炭，比表面积为 2800m^2/g。经脱色后，物料为无色液体(≤ 5 号色标)。

[0033] 之后，物料再送去离子交换系统，分别经阴、阳、非阴非阳离子交换树脂处理后，即可得到 99.999950% 以上的电子级乳酸乙酯产品(其中水份含量低于 30.3mg/kg，乙醇含量低于 10.1 mg/kg，乳酸含量低于 5.1 mg/kg，金属离子含量低于 2.7μg/kg)。阴、阳、非阴非阳离子交换柱的柱高均为 2 米，直径为 0.43 米，填充的树脂分别为 Amberlite IR120 Na 型阳离子交换树脂、Amberlite IRA402 Cl 型阴离子交换树脂以及 Amberlite™ XAD4 型大孔吸附树脂。

[0034] 釜残液则以 0.51kg/h 流量从塔釜排出，并被送入残液储罐待积累到一定量后集中处理。

[0035] 合格产品则被送入有氮封的产品储罐，并在外运时通过自动灌装机经无尘灌装密封后装运。

[0036] 实施例 3

[0037] (1)将乳酸甲酯粗品以 1500kg/h 的速率送入闪蒸器，其中含有甲醇为 2620 mg/kg，水为 3170 mg/kg，乳酸为 2760 mg/kg，乳酸甲酯质量含量为 99.1%，金属离子及重组份杂质含量为 450 mg/kg。闪蒸器的操作压力为 100KPa，操作温度约为 142℃。乳酸甲酯粗品中的 33% 左右的水份和甲醇等低沸物得以脱除。闪蒸器底部的溶液以 1376.33kg/h 流量经泵送入脱轻塔中部。脱轻塔内装有 SS304 不锈钢丝网规整填料，理论板数为 90 块，塔内径为 0.37m，塔顶操作压力为 10KPa，温度为 47℃。水份和甲醇等低沸物自塔顶馏出，回流比为 55.0。乳酸甲酯及重组份等以 1366.33 kg/h 的流量从脱轻塔釜排出，经泵送至精制塔的进料口。

[0038] (2)精制塔内件采用SS316L不锈钢丝网规整填料,理论板数为160块,塔内径为0.82m,塔顶操作压力为10KPa,温度为87℃。精制塔的顶部采出含少量水份和甲醇等低沸物的乳酸甲酯,被送去闪蒸器循环分离,操作回流比为0.05。超高纯度的乳酸乙酯(质量含量为99.999937%)以1360.21kg/h流量自塔上部侧线液相采出(采出口位置距离塔顶的理论塔板数为12块),再送去活性炭脱色系统脱色。活性炭脱色系统为固定床脱色柱,柱高4米,活性炭填装高度为3.2米,直径1.5米。活性炭为椰壳型活性炭,比表面积为2800m^2/g。经脱色后,物料为无色液体(≤5号色标)。

[0039] 之后,物料再送去离子交换系统,分别经阴、阳、非阴非阳离子交换树脂处理后,即可得到99.999943%以上的电子级乳酸乙酯产品(其中水份含量低于31mg/kg,乙醇含量低于10 mg/kg,乳酸含量低于16 mg/kg,金属离子含量低于1.9μg/kg)。阴、阳、非阴非阳离子交换柱的柱高均为4米,直径为1.5米,填充的树脂分别为Amberlite IR120 Na型阳离子交换树脂、Amberlite IRA402 Cl型阴离子交换树脂以及Amberlite™ XAD4型大孔吸附树脂。

[0040] 釜残液则以6.12kg/h流量从塔釜排出,并被送入残液储罐待积累到一定量后集中处理。

[0041] 合格产品则被送入有氮封的产品储罐,并在外运时通过自动灌装机经无尘灌装密封后装运。

[0042] 实施例4

[0043] (1)将乳酸丁酯粗品以1500kg/h的速率送入闪蒸器,其中含有丁醇为3120 mg/kg,水为1880 mg/kg,乳酸为2510 mg/kg,乳酸丁酯质量含量为99.1%,金属离子及重组份杂质含量为1490 mg/kg。闪蒸器的操作压力为23.5KPa,操作温度约为108℃。乳酸丁酯粗品中的30%左右的水份和丁醇等低沸物得以脱除。闪蒸器底部的溶液以1372.74kg/h流量经泵送入脱轻塔中部。脱轻塔内装有SS304不锈钢丝网规整填料,理论板数为200块,塔内径为0.53m,塔顶操作压力为24KPa,温度约为69℃。水份和丁醇等低沸物自塔顶馏出,回流比为100.0。乳酸丁酯及重组份等以1356.74kg/h流量从脱轻塔釜排出,经泵送至精制塔的进料口。

[0044] (2)精制塔塔内件采用SS316L不锈钢丝网规整填料,理论板数为200块,塔内径为0.81m,塔顶操作压力为25KPa,温度为111℃。精制塔的顶部采出含少量水份和丁醇等低沸物乳酸丁酯,被送去闪蒸器循环分离,操作回流比为0.5。

[0045] 超高纯度的乳酸丁酯(质量含量为99.999926%)以1350.1kg/h流量自塔上部侧线液相采出(采出口位置距离塔顶的理论塔板数为20块),再送去活性炭脱色系统脱色。活性炭脱色系统为固定床脱色柱,柱高4米,活性炭填装高度为3.2米,直径1.5米。活性炭为椰壳型活性炭,比表面积为2800m^2/g。经脱色后,物料为无色液体(≤5号色标)。

[0046] 之后,物料再送去离子交换系统,分别经阴、阳、非阴非阳离子交换树脂处理后,即可得到99.999941%以上的电子级乳酸丁酯产品(其中水份含量低于1mg/kg,丁醇含量低于53.7 mg/kg,乳酸含量低于3 mg/kg,金属离子含量低于2.3μg/kg)。阴、阳、非阴非阳离子交换柱的柱高均为4米,直径为1.5米,填充的树脂分别为Amberlite IR120 Na型阳离子交换树脂、Amberlite IRA402 Cl型阴离子交换树脂以及Amberlite™ XAD4型大孔吸附树脂。

[0047] 釜残液则以 6.74kg/h 流量从塔釜排出，并被送入残液储罐待积累到一定量后集中处理。

[0048] 合格产品则被送入有氮封的产品储罐，并在外运时通过自动灌装机经无尘灌装密封后装运。

[0049] 实施例 5

[0050] (1)将乳酸丁酯粗品以 150kg/h 的速率送入闪蒸器，其中含有丁醇为 2970mg/kg，水为 2870mg/kg，乳酸为 3470mg/kg，乳酸丁酯质量含量为 99.0%，金属离子及重组份杂质含量为 430mg/kg。闪蒸器的操作压力为 24KPa，操作温度约为 108℃。乳酸丁酯粗品中的 31%左右的水份和丁醇等低沸物得以脱除。闪蒸器底部的溶液以 136.14kg/h 流量经泵送入脱轻塔中部。脱轻塔内装有 SS304 不锈钢丝网规整填料，理论板数为 150 块，塔内径为 0.15m，塔顶操作压力为 25KPa，温度为 111℃。水份和丁醇等低沸物自塔顶馏出，回流比为 50.0。乳酸丁酯及重组份等以 135.15kg/h 流量从脱轻塔釜排出，经泵送至精制塔的进料口。

[0051] (2)精制塔塔内件采用 SS316L 不锈钢丝网规整填料，理论板数为 120 块，塔内径为 0.26m，塔顶操作压力为 25KPa，温度为 111℃。精制塔的顶部采出含少量水份和丁醇等低沸物乳酸乙酯，被送去闪蒸器循环分离，操作回流比为 0.5。超高纯度的乳酸丁酯(质量含量为 99.999946%)以 134.12kg/h 流量自塔上部侧线液相采出(采出口位置距离塔顶的理论塔板数为 12 块)，再送去活性炭脱色系统脱色。活性炭脱色系统为固定床脱色柱，柱高 2 米，活性炭填装高度为 1.6 米，直径 0.5 米。活性炭为椰壳型活性炭，比表面积为 2800m^2/g。经脱色后，物料为无色液体(≤ 5 号色标)。

[0052] 之后，物料再送去离子交换系统，分别经阴、阳、非阴非阳离子交换树脂处理后，即可得到 99.999970% 以上的电子级乳酸丁酯产品(其中水份含量低于 1mg/kg，丁醇含量低于 23.3 mg/kg，乳酸含量低于 2 mg/kg，金属离子含量低于 1.5μg/kg)。阴、阳、非阴非阳离子交换柱的柱高均为 2 米，直径为 0.5 米，填充的树脂分别为 Amberlite IR120 Na 型阳离子交换树脂、Amberlite IRA402 Cl 型阴离子交换树脂以及 Amberlite™ XAD4 型大孔吸附树脂。

[0053] 釜残液则以 1.03kg/h 流量从塔釜排出，并被送入残液储罐待积累到一定量后集中处理。

[0054] 合格产品则被送入有氮封的产品储罐，并在外运时通过自动灌装机经无尘灌装密封后装运。

[0055] 实施例 6

[0056] (1)将乳酸乙酯粗品以 1500kg/h 的速率送入闪蒸器，其中含有乙醇 3130 mg/kg，水为 1970 mg/kg，乳酸为 2020 mg/kg，乳酸乙酯质量含量为 99.2%，金属离子及重组份杂质含量为 980 mg/kg。闪蒸器的操作压力为 68KPa，操作温度约为 140℃。乳酸乙酯粗品中的 65% 左右的水份和乙醇等低沸物得以脱除。闪蒸器底部的溶液以 1173.41kg/h 流量经泵送入脱轻塔中部。脱轻塔内装有 SS304 不锈钢丝网规整填料，理论板数为 30 块，塔内径为 0.13m，塔顶操作压力为 60KPa，温度约为 102℃。水份和乙醇等低沸物自塔顶馏出，回流比为 10.0。乳酸乙酯及重组份等以 1153.40kg/h 流量从脱轻塔釜排出，经泵送至精制塔的进料口。

[0057] (2)精制塔塔内件采用 SS316L 不锈钢丝网规整填料，理论板数为 150 块，塔内径

为0.33m，塔顶操作压力为60KPa，温度为137℃。精制塔的顶部采出含少量水份和乙醇等低沸物乳酸乙酯，被送去闪蒸器循环分离，操作回流比为3.0。超高纯度的乳酸乙酯（质量含量为99.999938%）以1145.40kg/h流量自塔上部侧线液相采出（采出口位置距离塔顶的理论塔板数为15块），再送去活性炭脱色系统脱色。活性炭脱色系统为固定床脱色柱，柱高4米，活性炭填装高度为3.2米，直径1.5米。活性炭为椰壳型活性炭，比表面积为2800m^2/g。经脱色后，物料为无色液体（≤5号色标）。

[0058] 之后，物料再送去离子交换系统，分别经阴、阳、非阴非阳离子交换树脂处理后，即可得到99.999965%以上的电子级乳酸乙酯产品（其中水份含量低于19.3mg/kg，乙醇含量低于7.8mg/kg，乳酸含量低于4.7mg/kg，金属离子含量低于2.4μg/kg）。阴、阳、非阴非阳离子交换柱的柱高均为4米，直径为1.5米，填充的树脂分别为Amberlite IR120 Na型阳离子交换树脂、Amberlite IRA402 Cl型阴离子交换树脂以及Amberlite™ XAD4型大孔吸附树脂。

[0059] 釜残液则以8.00kg/h流量从塔釜排出，并被送入残液储罐待积累到一定量后集中处理。

[0060] 合格产品则被送入有氮封的产品储罐，并在外运时通过自动灌装机经无尘灌装密封后装运。

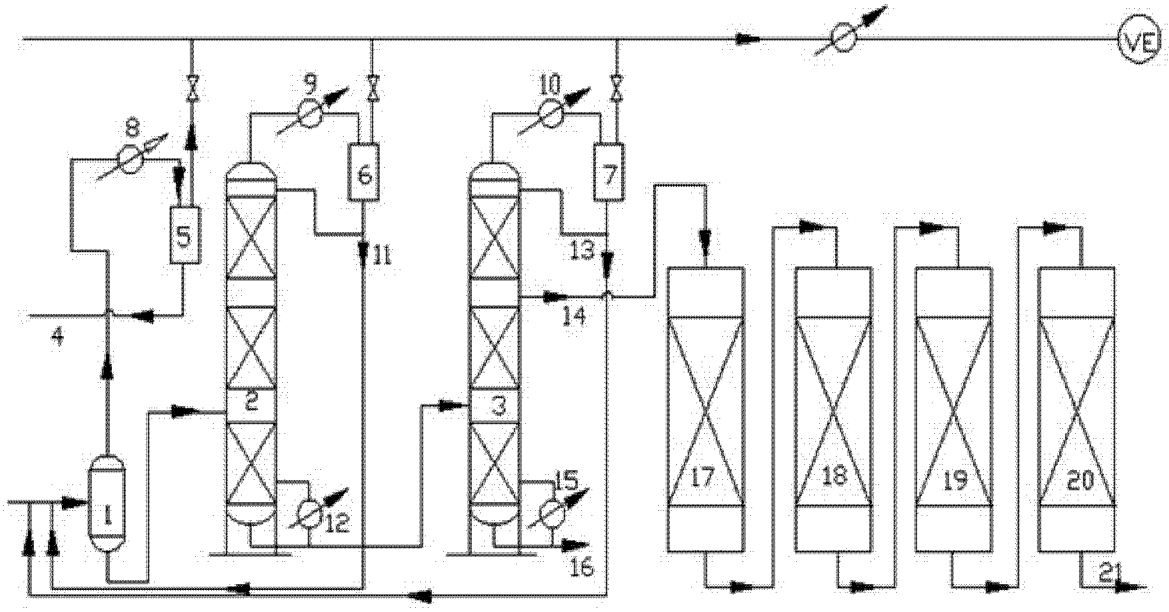


图 1