



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104797551 B

(45)授权公告日 2016.08.31

(21)申请号 201380059842.8

(22)申请日 2013.09.24

(30)优先权数据

61/706835 2012.09.28 US

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2015.05.15

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/US2013/061368 2013.09.24

(87)PCT国际申请的公布数据

W02014/052298 EN 2014.04.03

(73)专利权人 陶氏环球技术有限责任公司

地址 美国密歇根州

(72)发明人 A·S·梅尔诺乌 E·D·道格斯

P·H·S·欧阳 J·L·特朗布尔

(74)专利代理机构 北京市金杜律师事务所

11256

代理人 吴亦华

(51)Int.Cl.

C07C 67/08(2006.01)

C07C 67/54(2006.01)

C07C 69/78(2006.01)

(56)对比文件

JP 0350246 A, 1991.03.04,

US 2009288939 A1, 2009.11.26,

审查员 臧丽红

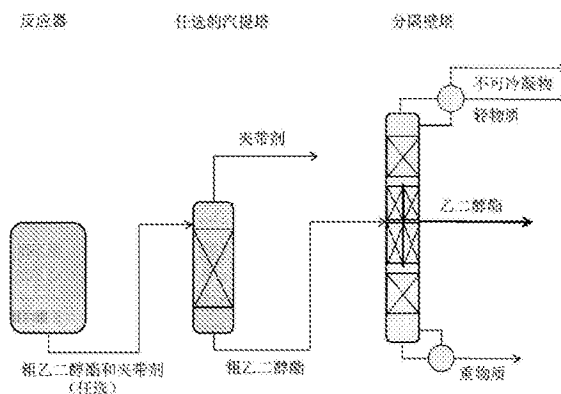
权利要求书1页 说明书9页 附图2页

(54)发明名称

用于生产高纯度乙二醇酯的方法

(57)摘要

本发明涉及一种用于由苯甲酸和2-丁氧基乙醇生产苯甲酸2-丁氧基乙酯的方法,其中粗反应产物的至少一部分被进料到包含分隔壁或巴氏消毒(pasteurizing)部分的蒸馏塔中。



使用分隔壁塔的蒸馏方法的示意图

1. 一种用于生产苯甲酸2-丁氧基乙酯的方法,所述方法包含:(a)使苯甲酸与2-丁氧基乙醇在反应条件下接触以产生包含苯甲酸2-丁氧基乙酯和杂质的粗产物;(b)将所述粗产物的至少一部分进料到包含分隔壁或巴氏消毒(pasteurizing)部分的蒸馏塔中;从所述蒸馏塔去除塔顶物流和塔底物流,并且从所述蒸馏塔去除侧抽物流(side draw stream);其中,在存在分隔壁的情况下,所述粗产物在所述分隔壁中与所述侧抽物流相对的侧面处进入所述分隔壁蒸馏塔。

2. 根据权利要求1所述的方法,其中所述杂质中的一者是丁醛。

3. 根据以上权利要求中任一权利要求所述的方法,其中所述侧抽物流包含苯甲酸2-丁氧基乙酯和小于百万分之5份(5ppm)的丁醛。

4. 根据权利要求1或2所述的方法,其中所述侧抽物流包含超过99.0重量%苯甲酸2-丁氧基乙酯。

5. 根据权利要求1或2所述的方法,其中步骤(a)的接触在酸催化剂存在下进行。

6. 根据权利要求1或2所述的方法,其中所述蒸馏塔包含分隔壁。

7. 根据权利要求1或2所述的方法,其中所述蒸馏塔包含巴氏消毒部分。

8. 根据权利要求1或2所述的方法,其中所述粗产物中存在夹带剂。

9. 根据权利要求1或2所述的方法,其中所述夹带剂基本上在任选的汽提塔中从所述粗产物中去除。

10. 根据权利要求1或2所述的方法,其中所述侧抽物流包含苯甲酸2-丁氧基乙酯和小于百万分之1份(1ppm)的丁醛。

用于生产高纯度乙二醇酯的方法

[0001] 相关申请案的交叉参考

[0002] 本申请案要求2012年9月28日提交的临时申请案第61/706,835号的优先权,所述申请案以全文引用的方式并入本文中。

背景技术

[0003] 本发明涉及一种用于以高纯度生产重乙二醇酯的方法。

[0004] 具有较低VOC,并且因此具有高沸点的乙二醇酯用作涂料应用中的溶剂。重要的是这些酯具有浅颜色和低气味。因此,重要的是乙二醇酯具有低含量的重杂质以及浅杂质,所述重杂质通常与不合需要的颜色有关,所述浅杂质通常与气味有关。乙二醇酯在涂料应用中的使用的另一方面是材料成本;由于应用的性质,乙二醇酯的成本不应超过在涂料调配物中常用的类似材料的成本。因此,需要用于制造高纯度酯的方法,所述方法所需要的资本将减少并且所具有的能量消耗将减少。

发明内容

[0005] 本发明是这样的方法,其包含:(a)使苯甲酸与2-丁氧基乙醇在反应条件下接触以产生包含苯甲酸2-丁氧基乙酯和杂质的粗产物;(b)将粗产物的至少一部分进料到包含分隔壁或巴氏消毒(pasteurizing)部分的蒸馏塔中;从蒸馏塔去除塔顶物流和塔底物流,并且从蒸馏塔去除侧抽物流(side draw stream);其中,在分隔壁存在的情况下,粗产物在分隔壁中与侧抽物流相对的侧面处进入分隔壁蒸馏塔。

[0006] 出人意料地,使用包含分隔壁或巴氏消毒部分的蒸馏塔允许生产具有受控量的杂质,确切地说丁醛的超纯苯甲酸2-丁氧基乙酯。

附图说明

[0007] 图1是使用分隔壁塔的本发明方法的示意图。

[0008] 图2是常规蒸馏方法的示意图。

[0009] 图3是使用巴氏消毒部分的本发明方法的示意图。

具体实施方式

[0010] 如本文所用,“一种(a或an)”、“所述”、“至少一种”以及“一或多种”可互换使用。术语“包含”、“包括”和其变化形式在这些术语在说明书和权利要求中出现时不具有限制意义。因此,举例来说,包括“一种”疏水性聚合物的粒子的水性组合物可以解释为意指所述组合物包括“一或多种”疏水性聚合物的粒子。

[0011] 另外,在本文中,通过端点对数值范围进行的叙述包括所述范围内所包含的所有数字(例如1到5包括1、1.5、2、2.75、3、3.80、4、5等)。出于本发明的目的,应理解,与所属领域的普通技术人员将理解的一致,数值范围打算包括并且支持所述范围内所包括的所有可能的子范围。举例来说,范围1到100打算表达1.01到100、1到99.99、1.01到99.99、40到60、1

到55等。

[0012] 另外,在本文中,对数值范围和/或数值的叙述(包括权利要求中的此类叙述)可以解读为包括术语“约”。在此类情况下,术语“约”是指与本文中所述的那些数值范围和/或数值实质上相同的数值范围和/或数值。

[0013] 除非相反地陈述或由上下文暗示,否则所有份数和百分比是以重量计并且所有测试方法为本申请案申请日期的现行方法。出于美国专利实务的目的,任何所参考的专利、专利申请案或公开案的内容都是以全文引用的方式并入(或其等效美国版本是如此以引用的方式并入),尤其是在所属领域中的定义(在与本发明中特定提供的任何定义没有不一致的程度上)和常识的公开方面。

[0014] 如本文所用,术语“庚烷”包括庚烷的异构混合物。

[0015] 如本文所用,术语“将粗产物的至少一部分进料到包含分隔壁或巴氏消毒部分的蒸馏塔中”打算涵盖以下情形:其中粗产物的至少一部分在进入包含分隔壁或巴氏消毒部分的蒸馏塔之前穿过其它加工设备,包括可以自其分离各种组分的设备。

[0016] 本文中公开一种用于生产苯甲酸2-丁氧基乙酯的方法,其中反应器产生反应器流出物流,其中反应器流出物流的至少一部分被直接或间接地传送到蒸馏塔中,并且其中所述塔包含分隔壁或巴氏消毒部分。在分隔壁蒸馏塔的情况下,分隔壁蒸馏塔可以产生轻馏分、重馏分以及苯甲酸2-丁氧基乙酯物流。

[0017] 本发明方法使用苯甲酸和2-丁氧基乙醇,以及任选地,酸催化剂以产生苯甲酸2-丁氧基乙酯。

[0018] 所使用的起始物质是众所周知的物质并且是商业上可广泛获得的。举例来说,2-丁氧基乙醇可以从陶氏化学公司(The Dow Chemical Company)以商标Butyl CELLOSOLVE获得。可以使用商品级苯甲酸和2-丁氧基乙醇。

[0019] 反应物以足以产生所需产物苯甲酸2-丁氧基乙酯的量使用。2-丁氧基乙醇与苯甲酸的摩尔比有利地为小于0.1到10,优选为0.8到1.2,并且更优选为大致1。

[0020] 按需要,可以使用催化量的任选酸催化剂。催化剂是用于潜在反应的酸催化剂。广泛多种酸为合适的。催化剂的实例包括硫酸、磺酸、磷酸以及酸性离子交换树脂。可以使用酸的混合物。有利地,按反应性混合物的重量计,使用约100ppm到5%的催化剂。优选地,催化剂的量为0.3重量%到0.5重量%。

[0021] 反应可以在70℃到190℃下在2000mmHg到1mmHg的压力下进行。压力和温度可以随着反应进展而变化。

[0022] 反应是可逆的并且产生乙二醇酯,伴有水作为副产物。为了提高反应速率和转化率,有利地不断或间歇性地从反应区去除水。合适的夹带剂,例如庚烷,可以任选地用于促进从反应区去除水。总体而言,夹带剂可以选自广泛类别的化学物质,包括(但不限于)直链烷烃、乙二醇醚或其它与水产生不均匀共沸物并且沸点比2-丁氧基乙醇低的化学物质。重要的是,应注意,过量2-丁氧基乙醇也可以用作夹带剂以从反应系统去除水。后者尤其有利,因为在所述过程中没有引入额外的化学物质。可以使用夹带剂的混合物。

[0023] 2-丁氧基乙醇与苯甲酸在硫酸存在下产生苯甲酸2-丁氧基乙酯的反应为酯化反应。反应器流出物含有低沸点杂质、较高沸点杂质、水以及(在被使用的情况下)催化剂。乙二醇酯应该从反应器流出物中分离以便在涂料应用中使用。在本发明的一个实施例中,催

化剂在蒸馏之前被中和。

[0024] 有利地,当夹带剂用于促进从反应器流出物去除水时,流出物可以被传送到任选的汽提塔以减少进入分隔壁塔的夹带剂的量。广泛多种装置可以用作汽提塔,并且可以根据所属领域的技术人员所熟知的标准对其进行选择和操作。举例来说,填充塔、板式塔、轧膜蒸发器和薄膜蒸发器为可以用作任选的汽提塔的装置实例。

[0025] 在本发明的一个实施例中,汽提塔流出物,即具有减少量的夹带剂的物质,或反应器流出物被传送到分隔壁塔中,其中较轻、低沸点杂质以顶部产物的形式从所述物质中去除,并且较重、较高沸点杂质以底部产物的形式从所述物质中去除,并且高纯度乙二醇酯以中间产物的形式产生。使用分隔壁塔允许在所述方法的分离步骤中实质性节约能量和资本。这一实施例的示意图显示在图1中。

[0026] 对于制备高纯度乙二醇酯具有特别重要性的是,在通过热或氧化分解较重组分而进行的蒸馏过程期间形成较轻、低沸点的杂质,并且确切地说,产生气味的组分丁醛(butyraldehyde)(丁醛(butanal))。在蒸馏过程期间连续形成较低沸点组分损害常规的分批或连续蒸馏的能力,其中在以产物馏分的形式在塔顶去除乙二醇酯之前,以第一蒸馏馏分的形式在塔顶去除较轻组分,以产生不含较低沸点、产生气味的组分的高纯度乙二醇酯。

[0027] 分隔壁蒸馏塔包含分隔壁。分隔壁垂直地将蒸馏塔的内部的一部分分成两份,但不延伸到塔的顶部或底部部分,由此使得塔能够类似于常规塔而回流和再沸。分隔壁提供液体不可渗透的挡板,其隔开塔的内部。塔的进料入口位于分隔壁的一侧,同时一或多个侧抽元件位于相对侧面处。分隔壁使得塔不具有入口的侧面能够以受来自入口流动速率、条件或组成波动的影响最小的更稳定方式作用。这一增加的稳定性使得能够以一定方式设计和操作所述塔,所述方式允许具有与塔顶物流或塔底物流不同的组成的一或多个侧抽物流从塔中去除。

[0028] 蒸馏塔中的温度和压力取决于被蒸馏的物质的组成。在本发明的一个实施例中,塔在减压下操作,例如约1mmHg到约50mmHg,或5mmHg到10mmHg。再沸器温度有利地为120℃到195℃。

[0029] 从单个塔制造三个或三个以上产物物流的能力可以使得能够以较少的蒸馏塔和可能减少的资本成本实现组分分离。分隔壁蒸馏塔可以用作唯一的蒸馏塔或可以以串联或平行布置使用多个分隔壁蒸馏塔。分隔壁蒸馏塔也可以与一或多个常规蒸馏塔或分离装置结合使用。当塔的最佳进料位置在最佳侧抽位置上方时,本发明的实施例可以尤其适用。如果在常规蒸馏塔中进料位置在侧抽位置上方,那么在所述塔内的液体进料的朝下流动将对侧抽组合物具有显著影响。进料物流的进料流动速率、条件或组成的变化将改变侧抽组合物,并且使得在常规蒸馏塔的这种配置中产生稳定的侧抽物流变得极其难以实现。

[0030] 在本发明的一个实施例中,制成最终产物的塔在塔的顶部包含巴氏消毒部分。巴氏消毒部分的目的是:(1)浓缩塔顶物流中的轻杂质,例如丁醛以及(2)从以侧流形式在巴氏消毒部分下方抽取的最终产物中去除杂质。巴氏消毒部分有利地包括若干分离阶段,或理论塔板。

[0031] 蒸馏设备的类型可以根据所属领域的技术人员所熟知的标准来选择。举例来说,蒸馏塔可以例如在巴氏消毒部分中和/或在整个蒸馏装置中包括塔板或填料,例如低压降金属丝网(wire gauze)结构化填料。

[0032] 有利地,本发明方法提供丁醛含量低的产物。举例来说,苯甲酸2-丁氧基乙酯的丁醛含量按重量计可以小于200ppm、小于50ppm、小于10ppm、小于5ppm或小于1ppm。

[0033] 本发明的特定实施例

[0034] 给出以下实例来说明本发明并且不应将其理解为限制其范围。

[0035] 制备1-粗苯甲酸2-丁氧基乙酯

[0036] 通过使8.2kg(67mol)苯甲酸与8.5kg(72mol)Butyl CELLOSOLVE™在0.07kg(0.72mol)硫酸存在下反应来制备一批粗苯甲酸2-丁氧基乙酯。在制备过程中添加庚烷(1.7kg)以便促进从反应器的水夹带。酯化反应在125℃到150℃下、历经13到15小时、在通过与庚烷一起共蒸馏来连续去除水的情况下进行。在反应之后,冷却溶液,并且使用20%氢氧化钠水溶液将pH调节到中性。来自分批反应器的粗产物的标准化组成在表1中给出。

[0037] 表1. 来自反应器的粗产物的标准化组成

[0038]

组分名称	质量分数
轻物质	0.0018
苯甲酸	0.0009
BUTYL CELLOSOLVE	0.0463
苯甲酸2-丁氧基乙酯	0.8443
水	0.0070
庚烷	0.0775
重物质	0.0221

[0039] 对比实验1-苯甲酸2-丁氧基乙酯的实验室分批蒸馏(不是本发明的实施例)

[0040] 在填充有18"金属丝网填料的塔中于分批分离过程中蒸馏来自反应器的粗产物。在第一塔顶馏分中去除庚烷。在主要含有庚烷的馏分之后,在塔顶馏分中去除苯甲酸。在去除苯甲酸之后,以馏分的一部分的形式去除未反应的Butyl CELLOSOLVE™。随后的塔顶物质含有超过99.0重量%的苯甲酸2-丁氧基乙酯。当塔顶物质中的重杂质量增加到约0.95重量%时,蒸馏完成。这一实验证实苯甲酸2-丁氧基乙酯可以通过蒸馏过程从粗产物分离。

[0041] 尽管事实上所得苯甲酸2-丁氧基乙酯具有超过99.0重量%的纯度,但其具有令人不愉快的气味。恶臭是归因于痕量丁醛的存在,其已知在数量高于百万分之1份(1ppm)的情况下产生恶臭。

[0042] 对比实验2-苯甲酸2-丁氧基乙酯的实验室常规蒸馏(不是本发明的实施例)

[0043] 具有表1中所示的组成的粗产物在常规蒸馏流程中蒸馏,所述流程包括一个汽提塔和两个连续的蒸馏塔。在第一步骤中,粗产物被传送到汽提塔中以便去除大部分轻物质和庚烷。在汽提轻物质和庚烷之后所产生的物质含有448ppm丁醛。将这一物质传送到第一蒸馏塔中,其中以塔顶产物的形式去除痕量庚烷、未反应的Butyl CELLOSOLVE™以及一部分苯甲酸。蒸馏在24mmHg下进行。第一塔的底部产物主要含有苯甲酸2-丁氧基乙酯、较重组分以及12ppm丁醛。将第一塔的底部产物进料到第二塔中,其中苯甲酸2-丁氧基乙酯被视作顶部产物。蒸馏在1mmHg下进行。再沸器的温度达到160℃。第二塔的底部产物含有约40重量%苯甲酸2-丁氧基乙酯和60重量%重组分。对第二蒸馏塔的产物的分析指示,塔顶产物含有327ppm丁醛并且底部产物含有154ppm丁醛。丁醛在塔顶和底部产物中的显著同步增加指示

在第二塔中形成丁醛。

[0044] 实例3-模拟在分隔壁塔中的苯甲酸2-丁氧基乙酯的蒸馏

[0045] 使用来自对比实验1和2的数据来开发并验证苯甲酸2-丁氧基乙酯蒸馏的ASPEN Plus模型。所述模型用于模拟在分隔壁塔中的苯甲酸2-丁氧基乙酯蒸馏。过程的示意图显示在图1中。

[0046] 粗乙二醇酯和夹带剂物流进入任选的汽提塔,其中在塔顶去除大部分夹带剂。将来自汽提塔底部的粗乙二醇酯物流传送到分隔壁塔中,其中以中间产物的形式分离乙二醇酯。重组分以底部物流的形式从分隔壁塔分离。以塔顶产物的形式以标记为轻物质(LIGHTS)和不可冷凝物(NONCONDENSABLE)的物流形式分离夹带剂、未反应Butyl CELLOSOLVE™以及较轻组分。通过在分隔壁塔的底部部分中引入丁醛的稳定物流来模型化丁醛在塔再沸器中的形成。使用来自对比实验2的数据来估计丁醛物流的质量流动速率。模拟的结果呈现在表2中。

[0047] 表2.实例3的模拟的结果

[0048]

图 1 的物流	重物质	丁醛 (未显示)	粗乙二醇 酯和夹带 剂(任选)	粗乙二 醇酯	夹带剂	轻物 质	不可冷凝 物	乙二醇酯
温度℃	63.3		25	137.4	137.4	47.5	47.5	144.4
压力 mmHg	5.1		760	400	400	5	5	5.05
质量流动 lb/hr	1.412	0.021	44.092	40.819	3.274	0.286	2.57	36.573
组分质量流动, lb/hr								
苯甲酸	0.0000	0.0000	0.0400	0.0400	0.0000	0.0290	0.0040	0.0068
BUTYL CELLOSOLVE	0.0000	0.0000	2.0410	1.6440	0.3970	0.1090	1.5350	5.1E-08
苯甲酸 2-丁氧 基乙酯	0.4360	0.0000	37.2290	37.1540	0.0750	0.1470	0.0060	36.5658
水	0.0000	0.0000	0.3110	0.0610	0.2490	0.0010	0.0610	7.1E-15
庚烷	0.0000	0.0000	3.4170	0.9150	2.5010	0.0010	0.9150	4.1E-12
重物质	0.9760	0.0000	0.9760	0.9760	0.0000	0.0000	0.0000	7.9E-08
丁醛	痕量	0.0210	0.0790	0.0290	0.0510	0.0000	0.0490	1.9E-05
组分质量分数								
苯甲酸	0.0000	0.0000	0.0010	0.0010	0.0000	0.1020	0.0010	187 ppm
BUTYL CELLOSOLVE	0.0000	0.0000	0.0460	0.0400	0.1210	0.3800	0.5970	痕量
苯甲酸 2-丁氧 基乙酯	0.3090	0.0000	0.8440	0.9100	0.0230	0.5130	0.0020	0.9998
水	0.0000	0.0000	0.0070	0.0020	0.0760	0.0020	0.0240	痕量
庚烷	0.0000	0.0000	0.0770	0.0220	0.7640	0.0020	0.3560	痕量
重物质	0.6910	0.0000	0.0220	0.0240	0.0000	0.0000	0.0000	2 ppm
丁醛	痕量	1.0000	0.0020	0.0010	0.0150	0.0000	0.0190	0.522 ppm

[0049] 如表2中所示,所蒸馏的苯甲酸2-丁氧基乙酯(物流乙二醇酯(GLYCOL ESTER))仅含有0.552ppm丁醛,这是一个出人意料小的量。

[0050] 对比实验4-模拟苯甲酸2-丁氧基乙酯的常规蒸馏(不是本发明的实施例)

[0051] 使用实例3的模型以模拟在常规分离流程中的苯甲酸2-丁氧基乙酯蒸馏。过程的示意图显示在图2中。正如在实例3中,粗乙二醇酯和夹带剂物流进入任选的汽提塔以便从

物质去除大部分夹带剂和轻物质。来自汽提塔底部的粗乙二醇醚物流与来自实例3的粗乙二醇醚物流相同。这一物流进入第一蒸馏塔中,其中以塔顶产物,物流轻物质(LIGHTS)的形式分离包括夹带剂和未反应Butyl CELLOSOLVE™的轻物质。

[0052] 含有乙二醇酯和重物质的底部产物进入第二蒸馏塔中,其中以塔顶产物,物流乙二醇酯的形式分离苯甲酸2-丁氧基乙酯。底部产物具有类似于实例3中底部产物的组成。正如在实例3中,将稳定的丁醛物流进料到第二塔的再沸器中。物流与实例3中的丁醛物流相同。模拟的结果呈现在表3中。

[0053] 在实例3与对比实验4的结果之间的最惊人的不同为最终产物物流中的丁醛量。对比实验4产物物流中的丁醛量是实例3中丁醛量的约100倍。另一方面,对比实验2和4的产物物流中的丁醛量为相同数量级,其指示所述模型能够预测系统的实际行为。

[0054] 对实例3与对比实验4的操作条件、设备配置以及能量消耗的比较显示在表4中。所述数据指示,在类似操作条件和类似阶段数目下,两个蒸馏流程出人意料地使用实际上相同量的能量。这一比较强调了一个甚至更出人意料的优势,即分隔壁塔可以用于生产超纯苯甲酸2-丁氧基乙酯或类似乙二醇酯。由于与常规蒸馏流程相比较低的设备资金成本,分隔壁配置提供额外的优点。

[0055] 表3.对比实验4的模拟的结果

[0056]

图 2 的物流	丁醛 (未显示的物流)	粗乙二醇酯和夹带剂 (任选)	粗乙二醇酯	夹带剂	乙二醇酯和重物质	轻物质	重物质	乙二醇酯
温度 °C		25	137.4	137.4	146.6	42	158.9	117.3
压力 mmHg		760	400	400	5.52	5	5.23	5
摩尔流动 lbmol/hr	0	0.24	0.197	0.043	0.17	0.002	0.005	0.164
质量流动 lb/hr	0.021	44.092	40.819	3.274	38.084	0.273	1.639	36.467
组分质量流动, lb/hr								
苯甲酸	0.0000	0.0400	0.0400	0.0000	0.0340	0.0060	0.0000	0.0335
BUTYL CELLOSOLVE	0.0000	2.0410	1.6440	0.3970	0.0000	0.1880	0.0000	1.1E-05
苯甲酸 2-丁氧基乙酯	0.0000	37.2290	37.1540	0.0750	37.0740	0.0770	0.6620	36.4120
水	0.0000	0.3110	0.0610	0.2490	0.0000	0.0010	0.0000	1.6E-12

[0057]

庚烷	0.0000	3.4170	0.9150	2.5010	0.0000	0.0010	0.0000	9.3E-10
重物质	0.0000	0.9760	0.9760	0.0000	0.9760	0.0000	0.9760	8.9E-07
丁醛	0.0210	0.0790	0.0290	0.0510	0.0000	0.0000	5.9E-07	0.020999
组分质量分数								
苯甲酸	0.0000	0.0010	0.0010	0.0000	0.0010	0.0210	0.0000	919 ppm
BUTYL CELLOSOLVE	0.0000	0.0460	0.0400	0.1210	0.0000	0.6880	0.0000	痕量
苯甲酸 2-丁氧基 乙酯	0.0000	0.8440	0.9100	0.0230	0.9730	0.2830	0.4040	0.9985
水	0.0000	0.0070	0.0020	0.0760	0.0000	0.0050	0.0000	痕量
庚烷	0.0000	0.0770	0.0220	0.7640	0.0000	0.0030	0.0000	痕量
重物质	0.0000	0.0220	0.0240	0.0000	0.0260	0.0000	0.5960	痕量
丁醛	1.0000	0.0020	0.0010	0.0150	0.0000	0.0000	0.589 ppm	576 ppm

[0058] 表4.实例3与对比实验4的操作条件、设备配置以及能量消耗的比较

[0059]

		实例 3	对比实验 4	
			塔 1	塔 2
压力	mmHg	5	5	5
阶段的数目		12	6	10
回流比	摩尔/摩尔	6.22	0.76	0.06
冷凝器热负荷	Btu/hr	-6346	-798	-5862
再沸器热负荷	Btu/hr	6776	1249	5039
产物率	lb/hr	36.6		36.5
每单位产物重量的冷却能量	Btu/lb	-174		-183
每单位产物重量的加热能量	Btu/lb	185		172

[0060] 实例5-模拟在具有巴氏消毒的分离系统(separation train)中的苯甲酸2-丁氧基乙酯蒸馏

[0061] 使用实例3的模型以模拟在具有巴氏消毒塔的分离系统中的苯甲酸2-丁氧基乙酯蒸馏。过程的示意图显示在图3中。正如在实例3和对比实验4中,粗乙二醇酯和夹带剂物流进入任选的汽提塔中以便从物质中去除大部分夹带剂和轻物质。来自汽提塔底部的粗乙二醇酯物流与来自实例3和对比实验4的粗乙二醇酯物流相同。这一物流进入第一蒸馏塔,其中以塔顶产物,物流轻物质的形式分离包括夹带剂和未反应Butyl CELLOSOLVE™的轻物质。

[0062] 含有乙二醇醚和重物质的底部产物进入第二蒸馏塔,其在顶部配备有巴氏消毒部分。在这一塔中,在巴氏消毒部分的正下方以中间(intermediate)(中间(middle))产物,物流乙二醇酯的形式分离苯甲酸2-丁氧基乙酯。第二塔的顶部产物为未冷凝轻物质,即物流不可冷凝物,以及包括丁醛的较轻可凝结组分,即物流轻物质2。底部产物的组成类似于实例3底部产物的组成。正如在实例3和对比实验4中,稳定的丁醛物流被进料到第二塔的再沸器中。物流与实例3和对比实验4中的丁醛物流相同。模拟的结果呈现在表5中。

[0063] 表5.实例5的模拟的结果

[0064]

物流名称	丁醛 (未显示 的物流)	粗乙二 醇酯和 夹带剂 (任选)	粗乙二 醇酯	夹带 剂	乙二醇 酯和重 物质	轻物 质	轻物 质 2	不可 冷凝 物	重物 质	乙二醇醚
温度 °C		25	137.4	137.4	146.6	42	130.4	130.4	186	144.4
压力 mmHg		760	400	400	5.52	5	5	5	5.3	5.06
摩尔流动 lbmol/hr	0	0.24	0.197	0.043	0.17	0.027	0.008	0.001	0.003	0.158
质量流动 lb/hr	0.021	44.092	40.819	3.274	38.084	2.735	1.809	0.095	1.098	35.103
组分质量流动 lb/hr										
苯甲酸	0.0000	0.0400	0.0400	0.0000	0.0340	0.0060	0.0170	0.0040	0.0000	0.012
BUTYL CELLOSOLVE	0.0000	2.0410	1.6440	0.3970	0.0000	1.6440	0.0000	0.0000	0.0000	痕量
苯甲酸丁氧基 乙酯	0.0000	37.2290	37.1540	0.0750	37.0740	0.0800	1.7910	0.0710	0.1220	35.09
水	0.0000	0.3110	0.0610	0.2490	0.0000	0.0610	0.0000	0.0000	0.0000	痕量
庚烷	0.0000	3.4170	0.9150	2.5010	0.0000	0.9150	0.0000	0.0000	0.0000	痕量
重物质	0.0000	0.9760	0.9760	0.0000	0.9760	0.0000	0.0000	0.0000	0.9760	7.60E-11
丁醛	0.0210	0.0790	0.0290	0.0510	0.0000	0.0290	0.0000	0.0210	0.0000	3.10E-07
组分质量分数										
苯甲酸	0.0000	0.0010	0.0010	0.0000	0.0010	0.0020	0.0090	0.0420	0.0000	353 ppm
BUTYL CELLOSOLVE	0.0000	0.0460	0.0400	0.1210	0.0000	0.6010	0.0000	0.0000	0.0000	痕量
苯甲酸丁氧基 乙酯	0.0000	0.8440	0.9100	0.0230	0.9730	0.0290	0.9900	0.7430	0.1110	0.9996
水	0.0000	0.0070	0.0020	0.0760	0.0000	0.0220	0.0000	0.0000	0.0000	痕量
庚烷	0.0000	0.0770	0.0220	0.7640	0.0000	0.3350	0.0000	0.0000	0.0000	痕量
重物质	0.0000	0.0220	0.0240	0.0000	0.0260	0.0000	0.0000	0.0000	0.8890	痕量
丁醛	1.0000	0.0020	0.0010	0.0150	0.0000	0.0100	0.0000	0.2150	0.0000	0.647 ppm

[0065] 正如在实例3中,最终产物中的丁醛量极小,为0.647ppm。这些结果指示,使用巴氏消毒塔的分选流程能够实现类似于分隔壁塔结果的结果。

[0066] 对实例3与实例5之间的能量消耗、设备配置以及操作条件的比较显示在表6中。

[0067] 表6.实例3与实例5的操作条件、设备配置以及能量消耗的比较

[0068]

		实例 3	实例 5	
			塔 1	塔 2
压力	mmHg	5	5	5
阶段的数目		12	6	12
回流比	摩尔/摩尔	6.22	0.75	18.87
冷凝器热负荷	Btu/hr	-6346	-798	-5483

[0069]

再沸器热负荷	Btu/hr	6776	1249	5449
产物率	lb/hr	36.6	38.08	35.1
每单位产物重量的冷却能量	Btu/lb	-174		-179
每单位产物重量的加热能量	Btu/lb	185		191

[0070] 表中的数据指示在两个配置之间的极其类似的能量消耗。分隔壁塔的一个优势为

设备的较低资金成本。另一方面,巴氏消毒部分可以在现有的常规蒸馏系统中实施。

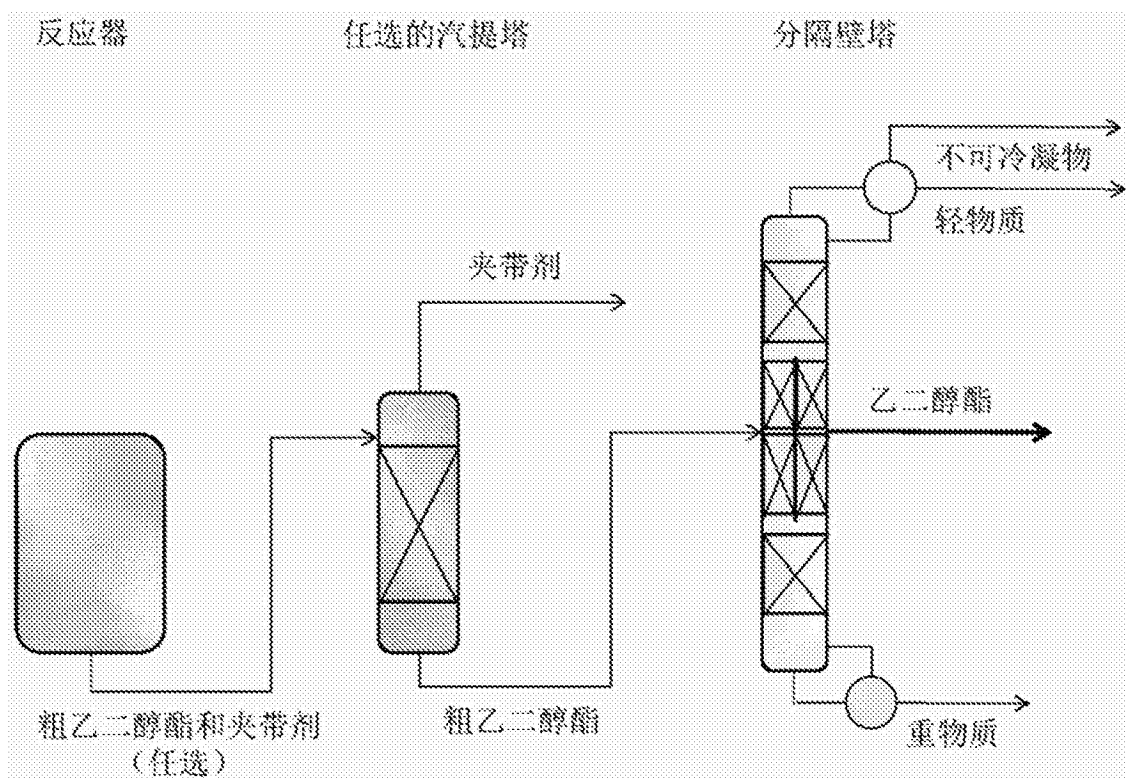


图1.使用分隔壁塔的蒸馏方法的示意图

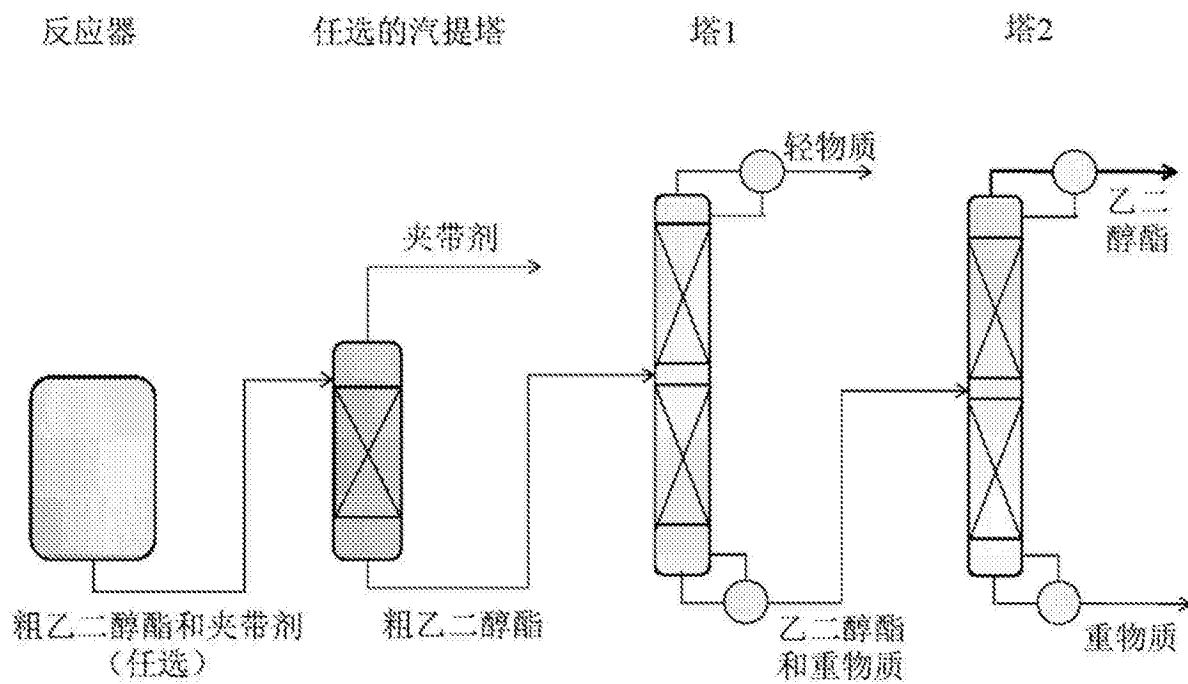


图2.常规蒸馏方法的示意图

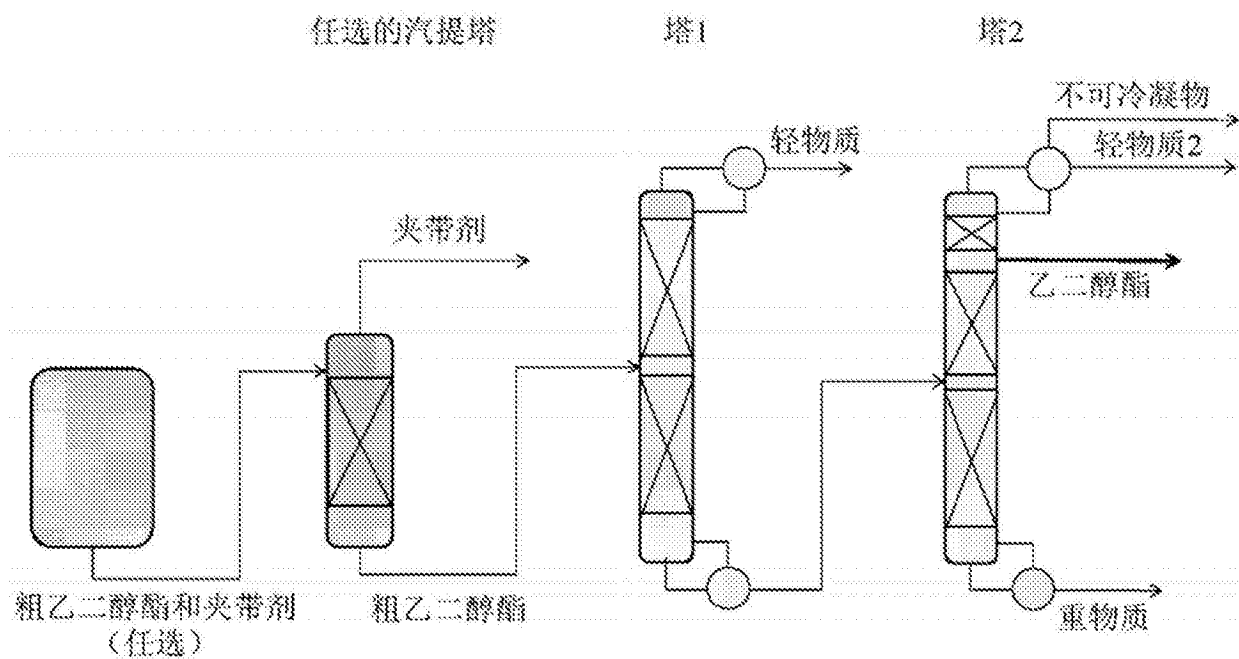


图3.使用巴氏消毒部分的蒸馏方法的示意图