



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 119100948 A

(43) 申请公布日 2024. 12. 10

(21) 申请号 202411241178.5

(22) 申请日 2015.12.17

(62) 分案原申请数据

201510947392.7 2015.12.17

(71) 申请人 英尼奥斯欧洲股份公司

地址 瑞士沃州

(72) 发明人 T · R · 麦克唐奈 J · R · 库奇

P · T · 瓦赫滕多夫

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司 72001

专利代理人 李进 彭昶

(51) Int. Cl.

C07C 253/34 (2006.01)

C07C 255/08 (2006.01)

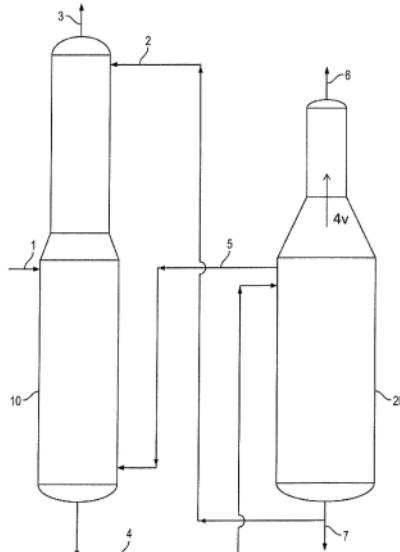
权利要求书2页 说明书6页 附图4页

(54) 发明名称

回收塔

(57) 摘要

本发明涉及回收塔。从丙烯腈和乙腈的混合物分离丙烯腈的方法，其包括将丙烯腈和乙腈的混合物提供至回收塔；将丙烯腈和乙腈的混合物与含水溶剂接触以提供丙烯腈-水共沸物；和将丙烯腈-水共沸物与乙腈分离以提供包括丙烯腈-水共沸物和约0.05重量%或更少乙腈的塔顶流，包括约0-约0.0075重量%乙腈的底部流，和包括约5-约70重量%乙腈的侧流。



1. 从包括丙烯腈和乙腈的混合物中分离丙烯腈的方法,所述方法包含:

提供丙烯腈和乙腈的混合物到至少一个回收塔并将所述丙烯腈和乙腈的混合物与含水溶剂接触以提供丙烯腈-水共沸物,其中将所述含水溶剂提供至所述回收塔的顶部区段;

将所述回收塔顶部区段的顶部部分内的温度保持在55-80℃;

将所述回收塔中部区段的顶部部分内的温度保持在65-85℃,并将所述回收塔中部区段的底部部分内的温度保持在100-120℃;

将所述回收塔底部区段的底部部分内的温度保持在105-125℃;和

将所述丙烯腈-水共沸物与所述乙腈分离以提供包括所述丙烯腈-水共沸物的塔顶流、底部流和蒸汽侧流,且其中

所述回收塔包括粗乙腈浓缩区域,所述粗乙腈浓缩区域包括上出口,其配置用以允许侧流从粗乙腈浓缩区域流出回收塔,且

所述塔顶流包括所述丙烯腈-水共沸物、0.05重量%或更少的乙腈,且具有70-90重量%的丙烯腈;

所述底部流包括0-0.0075重量%的乙腈,且

所述侧流包括5-70重量%的乙腈。

2. 权利要求1的方法,其中所述回收塔为单一塔。

3. 权利要求1的方法,其中所述回收塔包括第一塔和第二塔。

4. 权利要求1的方法,其中所述顶部区段、中部区段和底部区段各自为所述回收塔切线至切线高度的25-40%。

5. 权利要求1的方法,其中所述中部区段包括顶部部分、中部部分和底部部分。

6. 权利要求5的方法,其中所述顶部部分、中部部分和底部部分各自为所述回收塔中部区段切线至切线高度的25-40%。

7. 权利要求1的方法,其中将所述丙烯腈和乙腈的混合物提供至所述回收塔的中部区段。

8. 权利要求1的方法,其中所述回收塔中部区段的顶部部分保持在70-80℃。

9. 权利要求1的方法,其中所述回收塔中部区段的底部部分保持在105-115℃。

10. 权利要求1的方法,其中所述回收塔的顶部区段包括顶部部分和底部部分,其各自为所述回收塔顶部区段切线至切线高度的40-60%。

11. 权利要求1的方法,其中所述回收塔顶部区段的顶部部分保持在60-75℃。

12. 权利要求1的方法,其中所述回收塔顶部区段的顶部部分和底部部分具有0-20℃的温差。

13. 权利要求12的方法,其中所述回收塔顶部区段的顶部部分和底部部分具有5-15℃的温差。

14. 权利要求1的方法,其中所述回收塔的底部区段包括顶部部分和底部部分,其各自为所述回收塔底部区段切线至切线高度的40-60%。

15. 权利要求1的方法,其中所述回收塔底部区段的底部部分保持在110-120℃。

16. 权利要求1的方法,其中所述回收塔底部区段的顶部部分和底部部分具有0-15℃的温差。

17. 权利要求16的方法,其中所述回收塔底部区段的顶部部分和底部部分具有7-13℃

的温差。

18. 权利要求1的方法,其中所述塔顶流包括0.03重量%或更少的乙腈。
19. 权利要求18的方法,其中所述塔顶流包括0.01重量%或更少的乙腈。
20. 权利要求1的方法,其中所述塔顶流具有75-85重量%的丙烯腈。
21. 权利要求1的方法,其中所述底部流包括0.0025-0.007重量%的乙腈。
22. 权利要求21的方法,其中所述底部流包括0.0025-0.005重量%的乙腈。
23. 权利要求1的方法,其中所述侧流包括5-50重量%的乙腈。

回收塔

本申请是申请日为2015年12月17日,申请号为201510947392.7,发明名称为“回收塔”的发明专利申请的分案申请。

[0001] 提供了从丙烯腈和乙腈的混合物分离丙烯腈的方法。更具体地,所述方法包括将混合物与含含水溶剂接触以提供丙烯腈-水共沸物并将丙烯腈-水共沸物与乙腈分离。

背景

用于丙烯腈的回收和净化系统为已知的,参见例如美国专利号4,234,510;3,936,360;3,885,928;3,433,822;和3,399,120。通常,丙烯、氨和空气在具有氨氧化催化剂的蒸气相中反应。蒸汽状的反应器流出物然后通至骤冷系统中,其中反应器流出物直接与含水骤冷液(通常为水)接触。该骤冷去除未反应的氨和重聚合物。骤冷气体然后行进至吸收塔。

[0002] 在吸收器中,气体直接与吸收液(也通常为水)接触。水、丙烯腈、乙腈、HCN和相关的杂质留在吸收器底部的含水溶液中。惰性气体从吸收器顶部去除。然后,含水溶液行进至回收塔。该塔通过萃取蒸馏从所述含水溶液中去除乙腈。

[0003] 概述

从丙烯腈和乙腈的混合物分离丙烯腈的方法,其包括提供丙烯腈和乙腈的混合物至回收塔;将丙烯腈和乙腈的混合物与含含水溶剂接触以提供丙烯腈-水共沸物;和将丙烯腈-水共沸物与乙腈分离以提供包括丙烯腈-水共沸物和约0.05重量%或更少乙腈的塔顶流。

[0004] 在另一方面,从丙烯腈和乙腈的混合物分离丙烯腈的方法,其包括提供丙烯腈和乙腈的混合物至回收塔;将丙烯腈和乙腈的混合物与含含水溶剂接触以提供丙烯腈-水共沸物;和提供包括约0-约0.0075重量%乙腈的底部流,和包括约5-约70重量%乙腈的侧流。

[0005] 在另一方面,从丙烯腈和乙腈的混合物分离丙烯腈的方法,其包括提供丙烯腈和乙腈的混合物至具有多个塔板的回收塔,其中所述多个塔板包括塔板的顶部区段、塔板的中部区段和塔板的底部区段;提供含含水溶剂至塔板的顶部区段;将丙烯腈和乙腈的混合物与含含水溶剂接触以提供丙烯腈-水共沸物;和将丙烯腈-水共沸物与乙腈分离以提供包括丙烯腈-水共沸物和约0.05重量%或更少乙腈的塔顶流。

[0006] 在另一方面,从丙烯腈和乙腈的混合物分离丙烯腈的方法,其包括提供丙烯腈和乙腈的混合物至具有多个塔板的回收塔,其中所述多个塔板包括塔板的顶部区段、塔板的中部区段和塔板的底部区段;提供含含水溶剂至塔板的顶部;将丙烯腈和乙腈的混合物与含含水溶剂接触以提供丙烯腈-水共沸物;和提供包括约0-约0.0075重量%乙腈的底部流,和包括约5-约70重量%乙腈的侧流。

[0007] 在另一方面,从丙烯腈和乙腈的混合物分离丙烯腈的方法,其包括提供丙烯腈和乙腈的混合物至回收塔,并将丙烯腈和乙腈的混合物与含含水溶剂接触以提供丙烯腈-水共沸物;在回收塔的顶部区段的顶部部分保持约55-约80°C的温度;在回收塔的中部区段的顶部部分保持约65-约85°C的温度和在回收塔的中部区段的底部部分保持约100-约120°C的温度;在回收塔的底部区段的底部部分保持约105-约125°C的温度;和将丙烯腈-水共沸

物与乙腈分离以提供包括丙烯腈-水共沸物的塔顶流、底部流和侧流。

[0008] 在另一方面,操作回收塔的方法包括提供约100-约105°C的温度至所述回收塔中的控制塔板,然后将进料流引入至所述回收塔内。

[0009] 在另一方面,操作回收塔的方法包括在所述回收塔的顶部区段提供约100°C或更少的温度,然后将进料流引入至所述回收塔。

[0010] 在另一方面,操作回收塔的方法包括提供约100-约105°C的温度至回收塔的控制塔板,然后将丙烯腈和乙腈的混合物引入至回收塔内;提供丙烯腈和乙腈的混合物至回收塔,并将丙烯腈和乙腈的混合物与含含水溶剂接触以提供丙烯腈-水共沸物;在回收塔的顶部区段的顶部部分保持约55-约80°C的温度;在回收塔的中部区段的顶部部分保持约65-约85°C的温度,以及在回收塔的中部区段的底部部分保持约100-约120°C的温度;在回收塔的底部区段的底部部分保持约105-约125°C的温度;和将丙烯腈-水共沸物与乙腈分离以提供包括丙烯腈-水共沸物的塔顶流、底部流和侧流。

附图简述

所述方法的以上及其他方面、若干方面的特征和优点从以下附图中将更加显而易见。

[0011] 图1提供了回收塔的总体视图。

[0012] 图2说明了回收塔的另一个视图。

[0013] 图3说明了包括乙腈浓缩区域的回收塔;和

图4说明了回收塔温度分布。

[0014] 在附图的数个视图由始至终,相应的附图标记表明相应的组件。技术人员应理解,在附图中的元件为简单和清晰起见说明,和无需按比例描绘。例如,在附图中的一些元件的尺寸相对于其它元件可放大以帮助改善不同方面的理解。此外,在商业可行方面是有用或必需的通用但易于理解的元件通常不描绘以有利于这些不同方面更不受阻碍的观察。

[0015] 详述

以下描述不应理解为限制意义,但是仅为了描述示例性的实施方案的通用原理而进行。本发明的范围应参考权利要求限定。

[0016] 回收塔

任何类型的回收塔可与本发明方法结合使用。若干类型的回收塔配置在本文中描述为实施例。

[0017] 从乙腈分离丙烯腈的常规方法显示在图1中。如图1所示,进料流1从丙烯腈吸收器(未显示)发送至第一塔10。进料流1通常含有丙烯腈、氰化氢(HCN)、乙腈和水。基本无乙腈的水流2从第二塔20的底部或附近再循环至第一塔10的上部,以便促进通过萃取蒸馏乙腈与丙烯腈和HCN分离。包含来自进料1的丙烯腈、HCN和一部分水的流3从第一塔10的顶部去除。包含水和乙腈的液体流4作为进料从第一塔10的底部发送至第二塔20。蒸气流5从第二塔20发送至第一塔10以提供在第一塔10中蒸馏所需的热量。蒸汽侧流4v向上移动至第二塔20且包括乙腈。包含乙腈、水和少量丙烯腈和HCN的粗乙腈流6从第二塔20的顶部去除。剩余的水流7基本无丙烯腈、HCN和乙腈且不作为水流2再循环回到第一塔10,其在第二塔20的底部或附近排出第二塔20。

[0018] 用于从粗乙腈分离丙烯腈的另一个常规方法显示在图2中。如图2所示,进料流101从丙烯腈吸收器(未显示)发送至塔110。进料流101通常含有丙烯腈、氰化氢(HCN)、乙腈和水。基本无乙腈的底部流102从塔110的底部或附近再循环至塔110的顶部,以促进通过萃取蒸馏从丙烯腈和HCN中分离乙腈。底部流102中未再循环至塔110顶部的部分作为流107排出塔110。包含来自进料流101的丙烯腈、HCN和一部分水的塔顶流103从塔110顶部去除。蒸汽侧流5v向上移动至塔110且含水和乙腈的侧流104(对应于图1中的4v)从塔110去除。

[0019] 回收塔的另一个实例显示在图3中。在这方面,设备300包括塔310。塔310包括顶部区段330、中部区段340和底部区段350。单一塔310的中部区段340可配置用以接收进料流301。在一个方面,塔包括顶部区段和中部区段,且中部区段与顶部区段的直径之比为约0.8-约1.2,在另一方面,约0.9-约1.1,在另一方面,约1.5-约2.5,在另一方面,约1.75-约2.25,和在另一方面,约1.8-约2。在一个方面,塔包括中部区段和底部区段,且底部区段与中部区段的直径之比为约0.8-约1.2,在另一方面,约0.9-约1.1,在另一方面,约1.5-约2.5,在另一方面,约1.75-约2.25,和在另一方面,约1.8-约2。在一个方面,塔包括顶部区段和底部区段,且底部区段与顶部区段的直径之比为约0.8-约1.2,在另一方面,约0.9-约1.1,在另一方面,约1.5-约2.5,在另一方面,约1.75-约2.25,和在另一方面,约1.8-约2。在一个方面,顶部区段、中部区段和底部区段各自为回收塔高度的约25-约40% (切线:切线(tangent to tangent))。

[0020] 如图3所示,包含丙烯腈、HCN和水的塔顶流303从塔310的顶部去除。回收塔可包括粗乙腈浓缩区域342。粗乙腈浓缩区域342包括内部垂直挡板344。粗乙腈浓缩区域可包括多个塔板。所述塔板位于塔的不同高度,和各个塔板包括延伸跨越粗乙腈浓缩区域342横截面的水平面。粗乙腈区域342包括上出口,其配置用以允许侧流306流出塔310的粗乙腈浓缩区域342。蒸汽可沿挡板344的任一侧作为流304或蒸气流5v向上流动。底部流302中未再循环至塔310顶部的部分作为流307排出。

[0021] 回收塔可包括顶部区段、中部区段和底部区段。在一个方面,顶部区段、中部区段和底部区段各自为回收塔高度的约25-约40% (切线:切线)。各回收塔部分可进一步分成多个部分。例如,回收塔的中部区段包括顶部部分、中部部分和底部部分。在这方面,顶部部分、中部部分和底部部分各自为所述回收塔中部区段高度的约25-约40%。在另一方面,所述回收塔的顶部区段包括顶部部分和底部部分,其各自为所述回收塔顶部区段高度的约40-约60%。在另一方面,所述回收塔的底部区段包括顶部部分和底部部分,其各自为所述回收塔底部区段高度的约40-约60%。

[0022] 在另一方面,回收塔可包括约80-约120个塔板,和在另一方面,约80-约100个塔板。在回收塔中的所述多个塔板包括塔板的顶部区段、塔板的中部区段和塔板的底部区段。在这方面,塔板的顶部区段、塔板的中部区段和塔板的底部区段各自为所述回收塔中塔板总数的约25-约40%。

[0023] 所述回收塔的塔板顶部区段包括塔板的顶部部分和塔板的底部部分,其各自为所述回收塔的塔板顶部区段塔板总数的约40-约60%。塔板的中部区段包括塔板的顶部部分、塔板的中部部分和塔板的底部部分。塔板的顶部部分、塔板的中部部分和塔板的底部部分各自为所述回收塔的塔板中部区段塔板总数的约25-约40%。所述回收塔的塔板的底部区段包括塔板的顶部部分和塔板的底部部分,其各自为所述回收塔的塔板底部区段塔板总数

的约40-约60%。

[0024] 回收塔操作

提供至回收塔的进料流通常含有丙烯腈、氰化氢(HCN)、乙腈和水(在图1中显示为进料流1,在图2中显示为进料流101,和在图3中显示为进料流301)。在这方面,提供至回收塔的进料流包括约2-约10重量%的丙烯腈,在另一方面,约3-约7重量%,和在另一方面,约4-约6重量%的丙烯腈。混合物还包括乙腈,其量为约0.1-约0.3重量%的乙腈,和在另一方面,约0.15-约0.25重量%的乙腈。混合物还可包括其它成分,例如,较少量的丙烯醛和/或噁唑。

[0025] 溶剂水在塔的顶部部分进入回收塔(在图1中显示为水流2,在图2中显示为水流102和在图3中显示为水流302)。引入至回收塔顶部的溶剂水跨越塔板沿塔向下流动,当其移动至回收塔的底部时冷凝和提取乙腈。当液体下降跨越回收塔中的塔板至塔底时,来自汽提器的热蒸汽和从新鲜蒸汽增加的热量沿塔向上移动通过塔板孔,使得与其上的液体密切接触。在液体和蒸汽运输之间发生传热并趋向于将全部有机物(除了乙腈)向上移动至塔顶。

[0026] 通过回收塔(在图1中显示为流3,在图2中显示为流103,和在图3中显示为流303)产生的塔顶流可包括来自进料流的丙烯腈、HCN和一部分水。回收塔可提供包括水和乙腈的蒸汽侧流,其基本无丙烯腈和HCN(在图2中显示为流104,和在图3中显示为流304)。回收塔还可提供底部流(在图1中显示为底部流2,在图2中显示为底部流102,和在图3中显示为底部流302),其由回收塔的底部部分离开。底部流的至少一部分可再循环回到回收塔的顶部部分。加热回收塔的已知方法包括,例如,蒸汽、蒸汽加热再沸器和/或与其它过程流换热。

[0027] 温度控制

图4描述了回收塔操作的温度分布。在图4中描述的合适的温度控制和温度分布对于适合的塔操作来说是重要的。温度分布中的变化,如图4中虚线所示,可受到以下变化的组合的影响,包括溶剂水和进料温度,溶剂水速率和蒸汽速率。塔压力也会改变分布。

[0028] 在曲线上点“A”以上的变化主要是由于组成和压力的变化。点“A”以上的温度变化不是关键的,但塔顶温度应保持尽可能低以使得去往塔顶的噁唑、乙腈、丙酮和水的量最小化。点“B”以下的温度变化主要是由于塔板的压力变化,因为在该区段中组成大部分为水。

[0029] 回收塔的温度控制包括已知的温度控制系统,其可包括再沸器和换热器。在一个方面,在回收塔底部产生必要的沸腾所需的热负荷可通过在任何常规再沸腾设备内的传热来提供。常规再沸器可包括壳-管式换热器的一些变体。再沸器构造的一些实例包括釜、热虹吸、压力环流、束式加热棒、水平、垂直和下降膜。在一个方面,所述方法包括通过在回收塔的底部或附近去除液体以及在热虹吸式再沸器中交换液体来控制温度。在这方面,来自热虹吸式再沸器的流出物返回至回收塔。新鲜蒸汽可注入以补充或替代回收塔所需的热负荷。在另一方面,所述方法包括通过两个并联的垂直热虹吸再沸器,使用源自涡轮排气的增压蒸汽使回收塔再沸腾。

[0030] 在一个方面,回收塔温度保持如下:

所述回收塔的中部区段的顶部部分保持在约65-约85°C的温度下,和在另一方面,约70-约80°C;

所述回收塔的中部区段的底部部分保持在约100-约120°C,和在另一方面,约105-

约115°C；

所述回收塔的顶部区段的顶部部分保持在约55-约80°C,和在另一方面,约60-约75°C；

所述回收塔的顶部区段的顶部部分和底部部分具有约0-约20°C的温差,和在另一方面,约5-约15°C；

所述回收塔的底部区段的底部部分保持在约105-约125°C,和在另一方面,约110-约120°C;和

所述回收塔的底部区段的顶部部分和底部部分具有约0-约15°C的温差,和在另一方面,约7-约13°C。

[0031] 在另一方面,回收塔温度保持如下:

所述回收塔的中部区段的塔板的顶部部分保持在约65-约85°C的温度下,和在另一方面,约70-约80°C；

所述回收塔的中部区段的塔板的底部部分保持在约100-约120°C,和在另一方面,约105-约115°C；

所述回收塔的顶部区段的塔板的顶部部分保持在约55-约80°C,和在另一方面,约60-约75°C；

所述回收塔的顶部区段的塔板的顶部部分和塔板的底部部分具有约0-约20°C的温差,和在另一方面,约5-约15°C；

所述回收塔的底部区段的塔板的底部部分保持在约105-约125°C,和在另一方面,约110-约120°C;和

所述回收塔的底部区段的塔板的顶部部分和塔板的底部部分具有约0-约15°C的温差,和在另一方面,约7-约13°C。

[0032] 在另一方面,回收塔的中部区段的温度控制如下:

在一个方面,回收塔的中部区段的温降为回收塔顶部塔板与底部塔板温降的约35%或更大;

在另一方面,回收塔的中部区段的温降为回收塔顶部塔板与底部塔板温降的约50%或更大;

在另一方面,回收塔的中部区段的温降为回收塔顶部塔板与底部塔板温降的约75%或更大;

在另一方面,回收塔的中部区段的温降为回收塔顶部塔板与底部塔板温降的约75%;和

在另一方面,回收塔的中部区段的温降为回收塔顶部塔板与底部塔板温降的约80%。

[0033] 回收塔的温度控制提供了具有以下组成的塔顶流、底部流和侧流:

塔顶流,其包括丙烯腈-水共沸物和约0.05重量%或更少的乙腈,在另一方面,约0.03重量%或更少的乙腈,和在另一方面,约0.01重量%或更少的乙腈;

塔顶流,其包括约70重量%-约90重量%的丙烯腈,和在另一方面,约75-约85重量%的丙烯腈;

底部流,其包括约0-约0.0075重量%的乙腈,在另一方面,约0.0025-约0.007重

量%的乙腈,和在另一方面,约0.0025-约0.005重量%的乙腈;和

侧流,其包括约5-约70重量%的乙腈,在另一方面,约5-约50重量%的乙腈,和在另一方面,约6-约12重量%的乙腈。

[0034] 操作回收塔的方法,所述方法包含向回收塔中的控制塔板提供约100-约105℃的温度,然后将进料流引入至回收塔。在这方面,控制塔板位于回收塔的中部区段。所述方法还包括在回收塔顶部区段提供约100℃或更少的温度,然后将进料流引入至回收塔,在另一方面,回收塔的顶部区段为约70-约90℃,然后将进料流引入至回收塔。在这方面,进料流包括有机物。有机物可包括丙烯腈、甲基丙烯腈、乙腈和它们的混合物。

[0035] 在提供所说明的温度之后,所述方法包括将丙烯腈和乙腈的混合物提供至回收塔;将丙烯腈和乙腈的混合物与含含水溶剂接触以提供丙烯腈-水共沸物;将丙烯腈-水共沸物与乙腈分离以提供包括丙烯腈-水共沸物和约0.05重量%或更少乙腈的塔顶流。所述方法提供了包括约0-约0.0075重量%乙腈的底部流,和包括约5-约70重量%乙腈的侧流。

[0036] 在另一方面,操作回收塔的方法包括在回收塔顶部区段提供约100℃或更少的温度,然后将进料流引入至回收塔。在这方面,回收塔的顶部区段为约70-约90℃,然后将进料流引入至回收塔。

[0037] 在提供所说明的温度之后,所述方法包括将丙烯腈和乙腈的混合物提供至回收塔;将丙烯腈和乙腈的混合物与含含水溶剂接触以提供丙烯腈-水共沸物;将丙烯腈-水共沸物与乙腈分离以提供包括丙烯腈-水共沸物和约0.05重量%或更少乙腈的塔顶流。所述方法提供了包括约0-约0.0075重量%乙腈的底部流,和包括约5-约70重量%乙腈的侧流。

[0038] 虽然本文公开的本发明已经通过具体的实施方案、实施例和它们的应用来描述,但是本领域技术人员在不偏离权利要求所阐述的本发明范围的情况下可对其进行许多改进和变化。

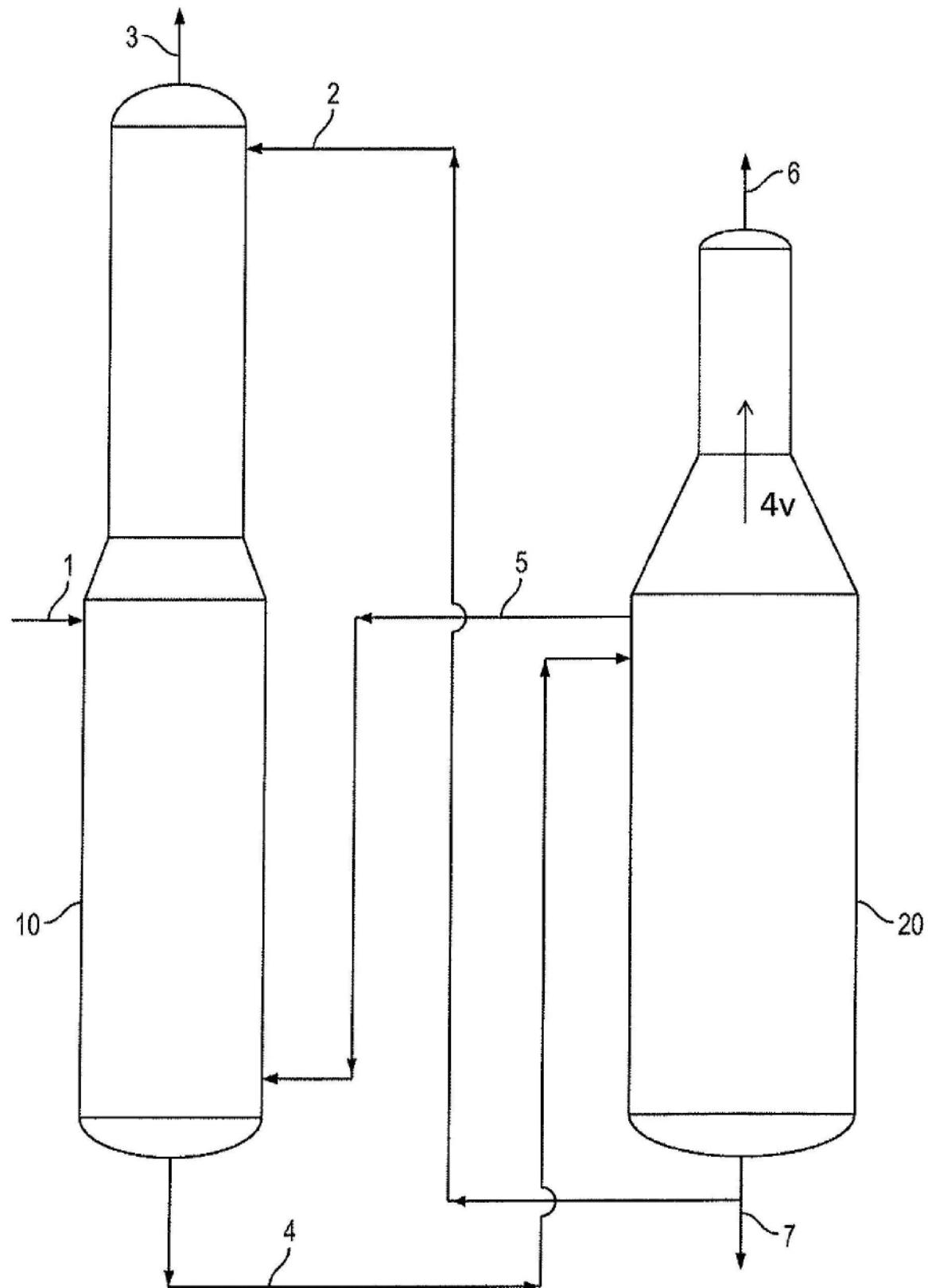


图1

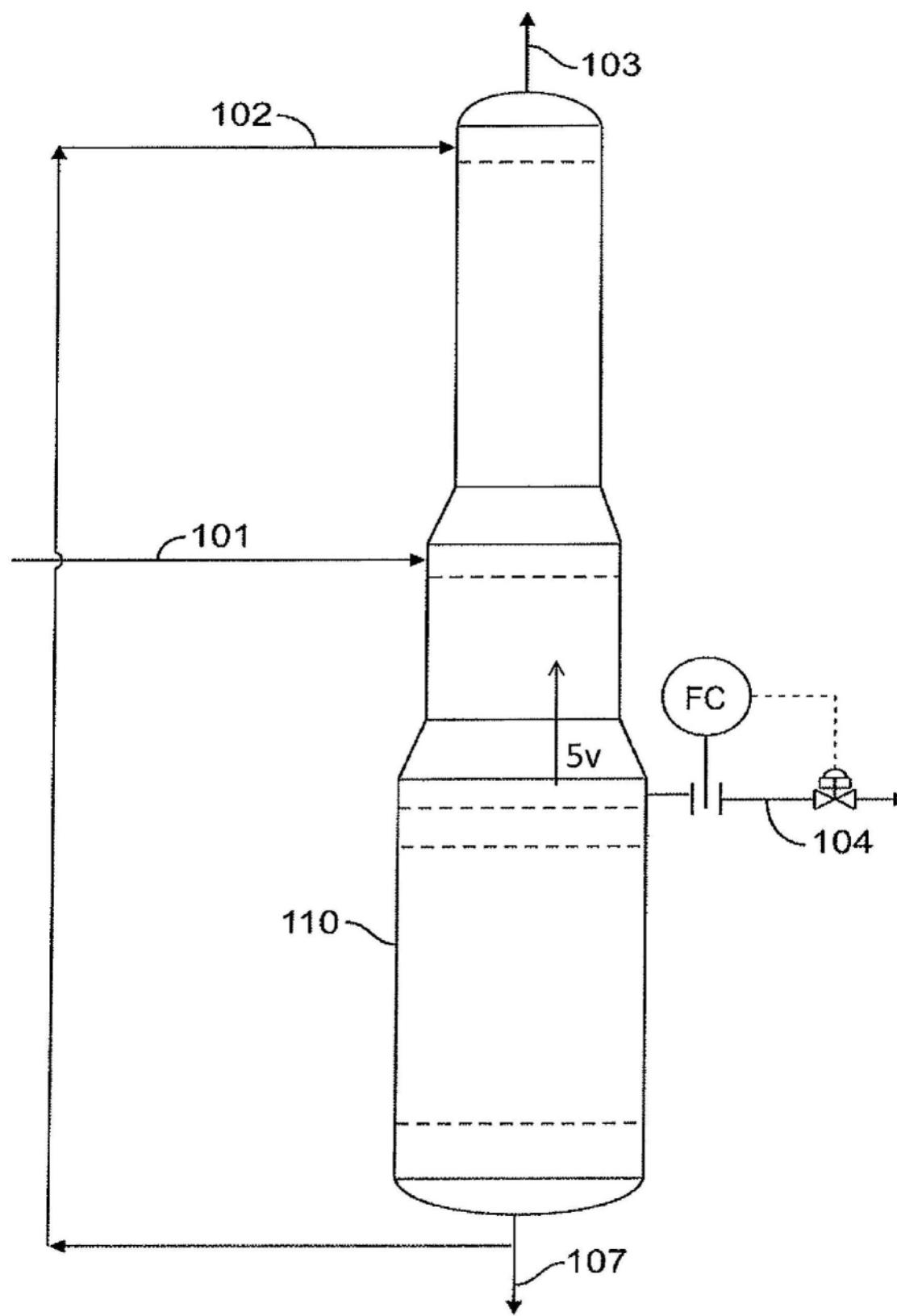


图2

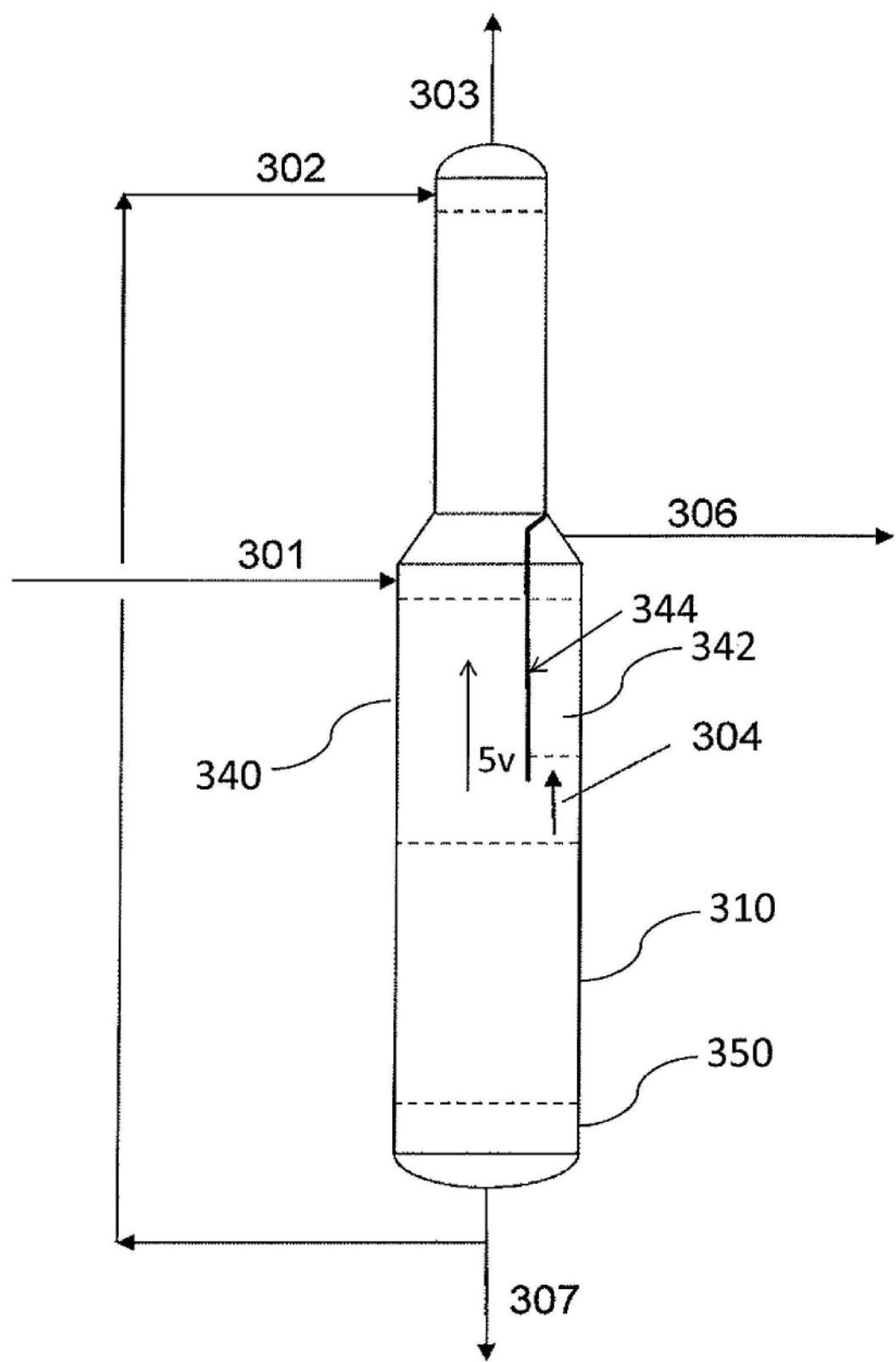


图3

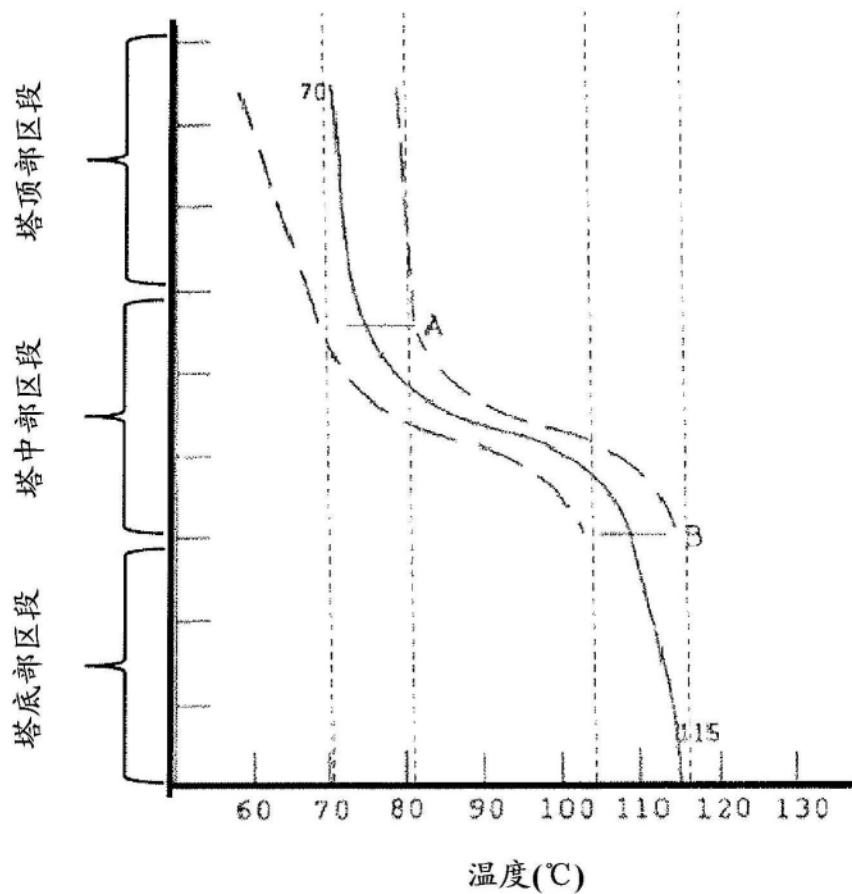


图4