(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)实用新型专利

(10)授权公告号 CN 203021485 U
(45)授权公告日 2013.06.26

(21)申请号 201320001627.X

(22)申请日 2013.01.04

(73)专利权人 宜兴市恒兴精细化工有限公司
地址 214213 江苏省无锡市宜兴经济开发区永宁支路

(72)发明人 王恒秀 陈维斌 张千 崇明本 费建强 顾海平 承阳

(74)专利代理机构 宜兴市天宇知识产权事务所（普通合伙） 32208
代理人 李妙英

(51)Int.Cl.
C07C 69/24(2006.01)
C07C 67/08(2006.01)

(ESM)同样的发明创造已同日申请发明专利

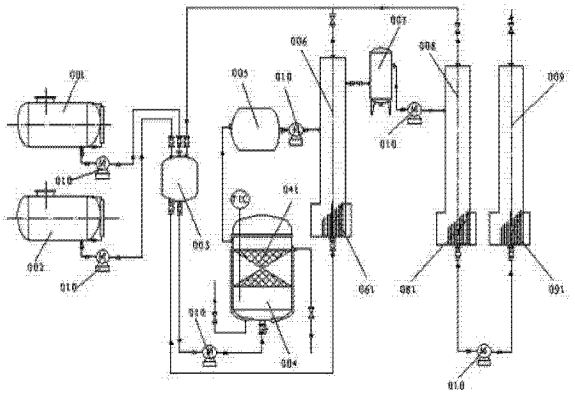
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54)实用新型名称

一种连续生产丁酸乙酯的系统

(57)摘要

本实用新型公开了一种连续生产丁酸乙酯的系统，其由进料系统、反应系统、分离系统组成，进料系统包括丁酸原料罐、乙醇原料罐和计量泵，反应系统包括混合器、反应器、固体催化剂、粗产品罐和计量泵，分离系统包括一级分类塔、油水分离器、二级脱醇塔、三级成品塔和计量泵。该系统通过连续混合配料、进料反应和三段精馏分离，实现了丁酸乙酯的连续化生产。



CN 203021485 U

1. 一种连续生产丁酸乙酯的系统，其特征在于包括进料系统、反应系统、分离系统，进料系统包括丁酸原料罐、乙醇原料罐；所述反应系统包括混合器、反应器、粗产品罐；所述分离系统包括一级分类塔、油水分离器、二级脱醇塔和三级成品塔；所述丁酸原料罐、乙醇原料罐管道连接混合器，混合器管道连接反应器底端进料口，所述反应器内装有固体催化剂，反应器上端出料口管道连接粗产品罐，粗产品罐管道连接一级分类塔中下部进料口，一级分类塔塔顶设置有回流管道连接混合器，一级分类塔塔釜设置有管道连接混合器，一级分类塔中上部设置有出料口管道连接油水分离器，油水分离器管道连接二级脱醇塔中上部进料口，二级脱醇塔顶端管道连接混合器，二级脱醇塔塔釜出料口管道连接三级成品塔塔釜进料口，所述三级成品塔塔顶设置有出料管道。

2. 根据权利要求 1 所述的一种连续生产丁酸乙酯的系统，其特征在于所述丁酸原料罐、乙醇原料罐与混合器连接的管道上均设置有计量泵。

3. 根据权利要求 1 所述的一种连续生产丁酸乙酯的系统，其特征在于所述混合器与反应器底端进料口连接的管道上设置有计量泵。

4. 根据权利要求 1 所述的一种连续生产丁酸乙酯的系统，其特征在于所述粗产品罐管道与一级分类塔中下部进料口连接管路上设置有计量泵。

5. 根据权利要求 1 所述的一种连续生产丁酸乙酯的系统，其特征在于所述油水分离器与二级脱醇塔中上部进料口连接管道上设置有计量泵。

6. 根据权利要求 1 所述的一种连续生产丁酸乙酯的系统，其特征在于所述二级脱醇塔塔釜出料口与三级成品塔塔釜进料口连接管道上设置有计量泵。

7. 根据权利要求 1 所述的一种连续生产丁酸乙酯的系统，其特征在于所述固体催化剂为(强)酸性树脂、杂多酸、硫酸锆或分子筛。

8. 根据权利要求 1 所述的一种连续生产丁酸乙酯的系统，其特征在于所述反应器设置有温控装置。

一种连续生产丁酸乙酯的系统

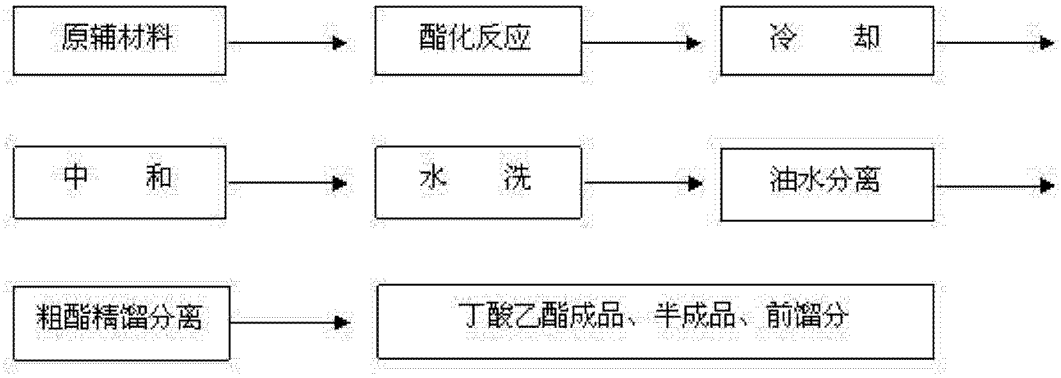
技术领域

[0001] 本实用新型涉及一种连续生产化工产品的系统，特别是一种连续生产丁酸乙酯的系统。

背景技术

[0002] 目前生产丁酸乙酯，普遍采用间歇法，以正丁酸、乙醇为原料，以硫酸或对甲苯磺酸等为催化剂，以环己烷、苯或甲苯为带水剂，采用带分水装置的反应釜，加热反应釜进行酯化反应，连续采水，直至反应结束，再经冷却、中和、水洗，然后分离得到成品。工艺流程图如下：

[0003]



[0004] 该生产工艺间歇操作，效率较低，催化剂不能重复利用，中和、水洗都存在一定的物料损失和三废污染问题，回收物料也需要能耗。而且以硫酸等为催化剂，副产物较多、设备腐蚀严重。

[0005] 绿色催化技术是实现化学生产过程绿色化的主要手段，近年来，在精细化学品领域，如何用绿色无污染的非均相催化技术取代原有污染低效工艺已成为一个重要的研究方向。

发明内容

[0006] 本实用新型所要解决的技术问题是提供一种可连续进出料、连续反应、连续分离、生产效率高、工艺绿色的连续生产丁酸乙酯的系统。

[0007] 本实用新型为了解决上述的技术问题，提供了以下技术方案：一种连续生产丁酸乙酯的系统，其特征在于包括进料系统、反应系统、分离系统，进料系统包括丁酸原料罐、乙醇原料罐；所述反应系统包括混合器、反应器、粗产品罐；所述分离系统包括一级分类塔、油水分离器、二级脱醇塔和三级成品塔；所述丁酸原料罐、乙醇原料罐管道连接混合器，混合器管道连接反应器底端进料口，所述反应器内装有固体催化剂，反应器上端出料口管道连接粗产品罐，粗产品罐管道连接一级分类塔中下部进料口，一级分类塔塔顶设置有回流

管道连接混合器，一级分类塔塔釜设置有管道连接混合器，一级分类塔中上部设置有出料口管道连接油水分离器，油水分离器管道连接二级脱醇塔中上部进料口，二级脱醇塔顶端管道连接混合器，二级脱醇塔塔釜出料口管道连接三级成品塔塔釜进料口，所述三级成品塔塔顶设置有出料管道。

[0008] 所述丁酸原料罐、乙醇原料罐与混合器连接的管道上均设置有计量泵。

[0009] 所述混合器与反应器底端进料口连接的管道上设置有计量泵。

[0010] 所述粗产品罐与一级分类塔中下部进料口连接管道上设置有计量泵。

[0011] 所述油水分离器与二级脱醇塔中上部进料口连接管道上设置有计量泵。

[0012] 所述二级脱醇塔塔釜出料口与三级成品塔塔釜进料口连接管道上设置有计量泵。

[0013] 作为本实用新型优选，所述固体催化剂为(强)酸性树脂、杂多酸、硫酸锆或分子筛。通过采用固体催化剂，有效防止了现有技术中利用硫酸等强酸性液体催化剂造成设备腐蚀，使用寿命缩短，并易于分离可重复使用，最重要的是防止液体催化剂与原料丁酸和乙醇发生反应，产出不必要的副产物，影响生产效率并难以处理。

[0014] 作为本实用新型的进一步改进，所述反应器设置有温控装置。通过此温控装置控制反应器的反应温度。

[0015] 为更好的解释本实用新型的技术方案，以下详细介绍本实用新型的工作原理：将原料丁酸和乙醇，分别由计量泵连续泵入混合器，混合后的原料连续通入装有催化装置、带控温装置的反应器中进行酯化反应，进料口位于反应器底端，出料口位于反应器上端，生成的粗产品连续出料缓存入粗产品储罐中，该储罐配有放空管并保持常压。然后粗产品由计量泵连续泵入一级分类塔进行分类，进料口位于一级分类塔体中下部，未反应的乙醇从一级分类塔塔顶连续采出返回混合器，未反应的丁酸从一级分类塔塔釜连续出料也返回混合器，生成的丁酸乙酯和水从位于一级分类塔塔体中上部的出料口连续采出，经油水分离器分开。生成水中的有机物经必要的回收等处理后达标排放，丁酸乙酯油层含酯量很高，由计量泵连续泵入二级脱醇塔脱除少量乙醇和水，进料口位于塔体中上部，少量含水乙醇从塔顶采出，返回混合器，二级脱醇塔塔釜连续出料并直接泵入三级成品塔塔釜，最后连续从成品塔塔顶采出丁酸乙酯成品。

[0016] 所述的技术方案中，反应器内所装填的固体催化剂可以为(强)酸性树脂、杂多酸、硫酸锆或分子筛等。一级分类塔、二级脱醇塔、三级成品塔都是装填有不锈钢或磁环的精馏塔，各精馏塔由锅炉蒸汽加热提供动力。

[0017] 本实用新型的有益效果：本实用新型采用固体催化剂及其多相反应工艺替代传统的均相催化工艺，主要优点是催化剂易于分离，可重复使用，污染较小，使得工艺更绿色化，并可实现连续化生产，效率高。

附图说明

[0018] 图 1 为本实用新型的系统结构图。

具体实施方式

[0019] 一种连续生产丁酸乙酯的系统，包括进料系统、反应系统、分离系统，进料系统包括丁酸原料罐 001、乙醇原料罐 002；所述反应系统包括混合器 003、反应器 004、粗产品罐

005；所述分离系统包括一级分类塔 006、油水分离器 007、二级脱醇塔 008 和三级成品塔 009；所述丁酸原料罐 001、乙醇原料罐 002 管道连接混合器 003，混合器 003 管道连接反应器 004 底端进料口，所述反应器 004 内装有固体催化剂 041，反应器 004 上端出料口管道连接粗产品罐 005，粗产品罐 005 管道连接一级分类塔 006 中下部进料口，一级分类塔塔 006 顶设置有回流管道连接混合器 003，一级分类塔 006 塔釜 061 设置有管道连接混合器 003，一级分类塔 006 中上部设置有出料口管道连接油水分离器 007，油水分离器 007 管道连接二级脱醇塔 008 中上部进料口，二级脱醇塔 008 顶端管道连接混合器 003，二级脱醇塔 008 塔釜 081 出料口管道连接三级成品塔 009 塔釜 091 进料口，所述三级成品塔 009 塔顶设置有出料管道，所述丁酸原料罐 001、乙醇原料罐 002 与混合器 003 连接的管道上均设置有计量泵 010，所述混合器 003 与反应器 004 底端进料口连接的管道上设置有计量泵 010，所述粗产品罐 005 与一级分类塔 006 中下部进料口连接管道上设置有计量泵 010，所述油水分离器 007 与二级脱醇塔 008 中上部进料口连接管道上设置有计量泵 010，所述二级脱醇塔 008 塔釜 081 出料口与三级成品塔 009 塔釜 091 进料口连接管道上设置有计量泵 010，作为本实用新型优选，所述固体催化剂 041 为（强）酸性树脂、杂多酸、硫酸锆或分子筛。所述反应器设置有温控装置。

[0020] 以上为本实用新型的基本实施方式，以下详细介绍本实用新型具体实施例。

[0021] 实施例 1：如图 1 所示，反应器 004 内装填 3500 kg 强酸性树脂为催化剂，在启动连续进出料反应之前，先将等摩尔比的原料丁酸和乙醇贮满容积为 5 立方米的反应器 004，将反应器 004 温度控制在 75℃，待反应至平衡转化率（酯化率约 45%）时，然后再重新启动进料计量泵 010，此时丁酸的进料速度为 384 kg/h，乙醇的进料速度为 200 kg/h，新鲜原料经混合器 003 混合后，由反应器 004 下部入口连续通入反应器 004，同时反应粗产品由反应器 004 上部出口连续出料，出料口为常压，此时出料速度为 584 kg/h，与进料速度相当，反应器 004 中物料为充满状态。

[0022] 生成的粗产品连续出料缓存入粗产品储罐 005 中，该储罐 005 配有放空管以保持常压。

[0023] 然后粗产品由计量泵 010 连续泵入一级分类塔 006 进行分类，由锅炉蒸汽提供动力，进料量为 584 kg/h，与反应器 004 进出料量相当，进料口位于一级分类塔 006 塔体中下部，未反应的乙醇从塔顶连续采出直接返回混合器 003，顶采乙醇含量 95%，另含水 5%，顶采和返回速度为 108 kg/h，回流量为 360 kg/h，未反应的丁酸从一级分类塔 006 塔釜 061 连续出料也返回混合器 003，塔釜 061 出丁酸含量高达 99% 左右，返回速度为 196 kg/h。此时，新鲜丁酸的进料速度由 384 kg/h 调整为 192 kg/h 并稳定下来，新鲜乙醇的进料速度由 200 kg/h 调整为 100 kg/h 并稳定下来，新鲜原料与分离系统返回未反应的丁酸和乙醇经混合器 003 混合后，同样连续进料反应。

[0024] 生成的丁酸乙酯和水从位于一级分类塔 006 塔体中上部的出料口连续采出，经油水分离器 007 分开，水中溶有极少量乙醇、丁酸乙酯等有机物，经必要的回收处理后达标排放，丁酸乙酯油层酯含量 96%，另外主要含有少量乙醇和水，其由计量泵 010 连续泵入二级脱醇塔 008，将乙醇和水脱除，进料口位于二级脱醇塔 008 塔体中部，进料速度为 260 kg/h，少量含水乙醇从二级脱醇塔 008 塔顶采出，同时采出少量丁酸乙酯，直接返回混合器 003，采出速度为 20 kg/h，回流量为 250 kg/h，二级脱醇塔 008 塔釜 081 中丁酸乙酯含量为 99%

以上，连续出料并直接泵入三级成品塔 009 塔釜 091，最后连续从成品塔 009 塔顶采出丁酸乙酯含量为 99.8% 的成品，成品采出速度为 240 kg/h，回流量为 360 kg/h。

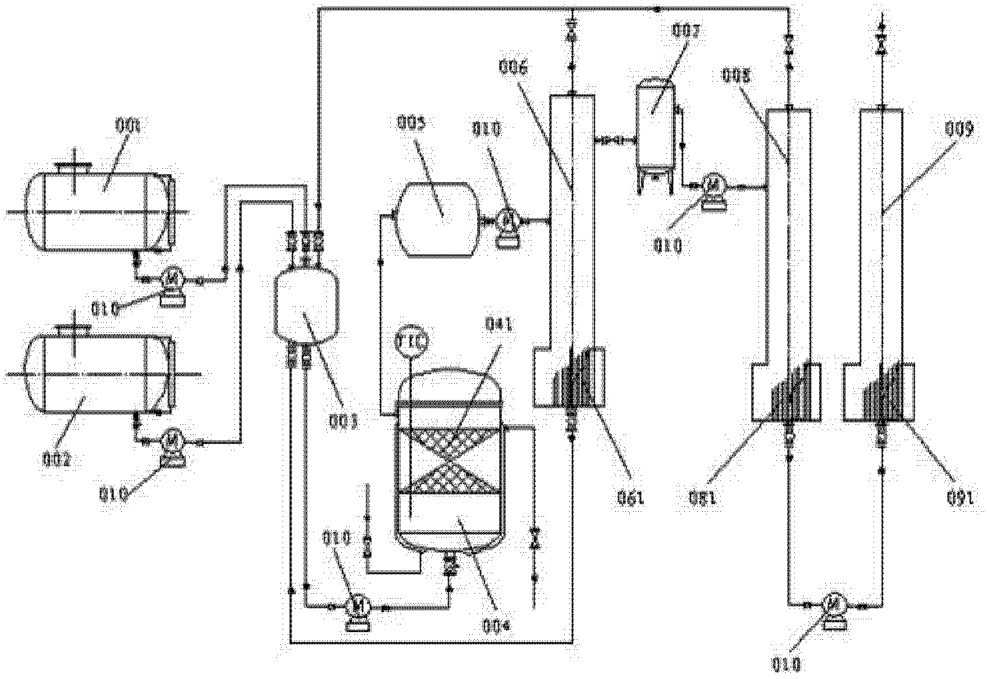


图 1