

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200580027488.6

[51] Int. Cl.

C07D 311/72 (2006.01)

F25J 3/02 (2006.01)

B01D 3/14 (2006.01)

[45] 授权公告日 2009 年 12 月 2 日

[11] 授权公告号 CN 100564372C

[22] 申请日 2005.8.13

[21] 申请号 200580027488.6

[30] 优先权

[32] 2004.8.19 [33] CH [31] 01365/04

[86] 国际申请 PCT/EP2005/008822 2005.8.13

[87] 国际公布 WO2006/018256 英 2006.2.23

[85] 进入国家阶段日期 2007.2.13

[73] 专利权人 帝斯曼知识产权资产管理有限公司

地址 荷兰海尔伦

[72] 发明人 均·和济朱勒 维纳·皮特祖卡

安吉拉·维尔德曼 托马斯·沃尔夫

[56] 参考文献

CN1190354A 1998.8.12

WO03011850A1 2003.2.13

审查员 欧 存

[74] 专利代理机构 北京东方亿思知识产权代理有限公司

代理人 李 剑

权利要求书 2 页 说明书 10 页 附图 3 页

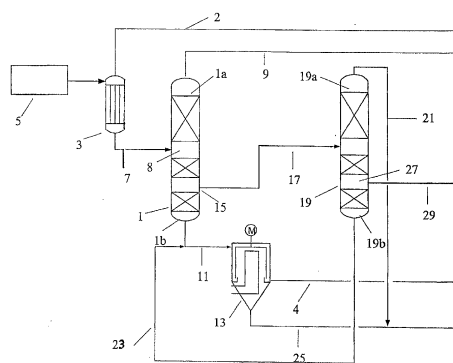
[54] 发明名称

用于精馏高沸点的对空气和/或温度敏感的有用产品的混合物的方法

[57] 摘要

根据本发明，提出了一种用于精馏需要高分离率的高沸点对空气和/或温度敏感的物质混合物，具体地，提出了一种用于整理含 VE - 或 VEA - 产品流的方法。所述方法的特征在于，在第一纯化阶段，低沸点产品和维生素 E 乙酸酯的未指定异构体从所述产品流中分离，而几乎不损失有用产品，在第二纯化阶段，所述有用产品以一支纯度为 >97 重量%的流和另一支纯度为 >92 重量%的流被取走。本发明的优选实施方式用于整理 VEA，其中，在所述第一纯化阶段中，有用产品的所述损失基于每单位时间加入纯化阶段的物料中 VEA 的量小于 5%。而且，所述第一纯化阶段可以包括精馏塔(1)，由所述精馏塔(1)的顶部(1a)取出所述低沸点产品和 VEA 的未指定异构体，包含纯化形式的有用产品流

在所述塔(1)的侧部(15)和/或底部(1b)处被取出。



1. 一种用于整理维生素 E 乙酸酯的方法，所述方法的特征在于，在第一纯化阶段，产品流被进料到精馏塔（1）中，所述低沸点产品和所述维生素 E 乙酸酯的未指定异构体在该塔的顶部（1a）处被取出，包含纯化形式的所述维生素 E 乙酸酯的流在所述塔（1）的侧部（15）和/或底部（1b）处被取出，在第二纯化阶段，所述第一塔（1）中的所述维生素 E 乙酸酯的侧部取出物和/或底部取出物被进料到第二精馏塔中，并且维生素 E 乙酸酯以一支纯度为>97 重量%的流和另一支纯度为>92 重量%的流被取走。

2. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于，所述维生素 E 乙酸酯作为纯度为>97 重量%的底部取出物和作为纯度为>92 重量%的顶部取出物从所述第二塔被取走。

3. 如权利要求 1 所述的方法，其特征在于，将所述第一精馏塔（1）的所述侧部取出物或底部取出物在所述第二纯化阶段进料到第二精馏塔（19），并且所述维生素 E 乙酸酯作为纯度为>97 重量%的侧部取出物和作为纯度为>92 重量%的由顶部取出物和底部取出物的蒸馏物组成的混合物从所述第二塔（19）被取走。

4. 如权利要求 2 或 3 所述的方法，其特征在于，所述第二塔的底部取出物在与所述同一塔的顶部取出物混合以前被蒸馏。

5. 如权利要求 1—3 中任意一项所述的方法，其特征在于，所述产品流在被加入所述第一塔（1）以前在降膜蒸发器（3）中脱气。

6. 如权利要求 2 或 3 所述的方法，所述第一塔（1）的所述侧部取出物通入所述第二塔（19），其特征在于，两个塔（1，19）的所述底部取出物彼此混合并蒸馏，并与所述第二塔的所述顶部取出物一起形成纯度>92 重量%的所述维生素 E 乙酸酯。

7. 如权利要求 4 所述的方法，其特征在于，所述蒸馏在短程蒸发器（13）中实现。

8. 如权利要求 6 所述的方法，其特征在于，所述蒸馏在短程蒸发器

(13) 中实现。

9. 如权利要求 1—3 中任意一项所述的方法，其特征在于，所述侧部取出通过将在所述塔（1，19）中向上的蒸汽相的部分冷凝来实现，并且横向排出的产品流从所述塔作为蒸汽冷凝物被取走。

10. 如权利要求 9 所述的方法，其特征在于，所述蒸汽冷凝物具有>97 重量%的纯度。

11. 用于实施根据权利要求 9 或 10 的侧部取出的精馏塔（1，19），所述精馏塔包括在所述精馏塔（1，19）中向下的回流流（31）和向上的蒸汽流（33）和安置在所述塔（1，19）中用于强化质量和热量传递的填料，其特征在于，所述侧部取出部分包括：

—产品流分配器（35），所述分配器（35）再分配来自所述侧部取出部上方的收集床 37 的回流，

—在所述产品流分配器（35）上方的挡溅板（39），

—产品流收集器（41），所述收集器用于所述侧部取出并向横向的蒸汽冷凝物出口（45）开口，

—布置在所述收集器（41）上方的侧部取出物部分冷凝器（47），和

—收集器（37），优选总取出物收集器，位于所述侧部取出物部分冷凝器（47）上方的。

用于精馏高沸点的对空气和/或温度敏感的有用产品的混合物的方法

本发明涉及用于精馏高沸点、对空气和/或温度敏感物质的混合物的方法，具体地，涉及精馏生育酚乙酸酯（也被称为维生素 E 乙酸酯（VEA））以从有用产品中分离较低沸点和较高沸点杂质的方法。

通过将维生素 E 与乙酸酐进行酯化得到的 VEA（以下也被称为粗制 VEA）可以从乙酸和乙酸酐和其它杂质的主要残余物中例如通过在降膜蒸发器、薄膜蒸发器等中进行多步蒸馏步骤来分离。通常，这种反应混合物包括约 94 重量%的 VEA、1—2 重量%的低沸点物质（主要是植二烯）、约 2—3 重量%的有用产品（VEA）的未指定异构体和 1—2 重量%的高沸点第二组分。

在含 VEA 产品流的工业纯化过程中，例如使用级联短程蒸发器。尽可能完全地从流向级联短程蒸发器的产品流中分离低沸点物质对于定制和操作在所需非常低的压力下的真空系统和短程蒸发器是具有决定性的。因此，将通常在约 1 mbar 下操作并且用于除去低沸点物的薄膜蒸发器连接到级联短程蒸发器的上游。在薄膜蒸发器中产生的蒸汽流基本上包含植二烯、维生素 E 乙酸酯、乙酸和乙酸酐残余物，并且该蒸汽流几乎完全在下流冷凝系统中冷凝。由于低沸点物含量高，所得的冷凝物不可能进一步使用并被丢弃。由于相平衡的位置，这种蒸汽流中 VEA 的比例为约 13 重量%，并且基于 VEA 的流入量 VEA 的损耗为约 2.7%。有用产品（薄膜蒸发器的底部产品）中残留通常约 2 重量%的低沸点馏分。将薄膜蒸发器的底部产品加料到级联短程蒸发器中，在该蒸发器中，VEA 通过重复蒸发和浓缩被进一步富集。

上述用于得到 VEA 的方法具有如下缺点。正如已经提及的，一部分有用产品（VEA）经由气相通过薄膜蒸发器进入下游冷凝系统并且最终被损失了。另外，仅仅部分低沸点物在薄膜蒸发器中分离出来（该薄膜蒸发器本身是一种相对复杂且昂贵的装置）并且剩余部分残留在有用产品中并

不得不稍后通过复杂的过程分离出来。同时，由于在各个纯化步骤中，主要产品未从副产品中完全分离，所以这个方法还包括回收流，该回收流不得不通过相对复杂的过程被反馈到上述工艺中。

因为 VEA 越来越多用于人体营养或卫生保健中的预防，所以该产品的纯度不得不满足日益提高的要求。用于这些希望用途所需的 VEA 的质量（如下也被称为“医药级”（PG）质量）定义如下：

-纯度 $\geq$ 97.5 重量%

无色—浅绿黄色

由上述方法得到的 VEA 具有 <97 重量%的纯度。VEA 具有 >92 重量%的纯度，满足有用产品为所谓“技术级”（TG）质量的条件，但不满足 PG 质量的要求。因此，对于用作食品添加剂或医药应用，VEA 必须进行进一步的纯化步骤。

已知的是，在通过蒸馏整理产品混合物过程中，当使用所谓的逆流蒸馏（也被称为精馏）（即，在精馏塔中具有向下的回流部分和向上的蒸汽的逆流的特殊蒸馏工艺）时，通常得到最优的结果。通常使用这样的塔，其中，待分离的混合物被引入塔的中间部分，蒸汽在其从底部到顶部通过塔的途中富集更易挥发组分，并且，回流在其从顶部到底部通过塔的途中富集不易挥发组分。材料和热量的传递通过安装在塔中的元件，例如，塔板、无规填料或规整填料来加强，这些元件确保各相之间足够的接触时间并且足够大的相界面。

而且已知的是，对于需要高分离效率的物质的高沸点、对温度敏感的混合物（该混合物还包括此处所述的混合物（粗制 VEA））的分离来说，优选的是使用具有如下填料的精馏塔，该填料以规则几何形状系统地组成、并具有用于逆流相的限定的通过区域。具体的情况是这样的，因为与无规填料相比，规则结构的填料的显著特征为较高的负载能力和更佳的分选效果、具有更小的比压降、需要更小体积的填料并且因此还可以允许更小的传质传热高度。因此，规则的填料用在各种真空精馏中，其中，由于待分离的混合物的温度敏感性，所以对塔压降的限制特别重要。已知用于这种希望用途的塔填料分别是来自 Sulzer 的 BX 和 CY 型金属织物填料、

Optiflow 的多孔型金属填料或来自 Sulzer 和 Kühni 的 Mellapak 型和 Rhombopak 型填料, 以及来自例如 Montz GmbH 的其它公司的类似有效的金属织物填料。

例如在 WO 97/02880 中公开了含 VEA 混合物的精馏。然而, 对在工业规模上的产品的纯化通常有利的精馏在此情况下具有较大的问题, VEA 的沸点高, 并且在较高温度下 VEA 可分解。因此, 基本上进行在高真空下的蒸馏或甚至分子蒸馏, 以便能够在尽可能低的温度下蒸馏 VEA。

尽管使用高真空, 但根据现有技术通常得到的纯度仅为 97.3% (DE-A 27 43 920), 98% (DE-A 42 08 477 和 JP-B-58 011 869), 98.5% (US-A 3 459 773) 或 98.5—99% (DE-A 21 60 103)。只有通过分子蒸馏得到高于 99% 的纯度, 即, 根据 JP-A 51/14671 纯度为 99.3%, 根据 JP-A-62/226976 纯度为 99.5%, 必须要指出的是, 根据通过目前所使用的更精确的分析方法并且采用更纯的对比物质进行的研究, 推测将得到更低的纯度值。另外, 以上述方法得到的蒸馏产率在每一个情况下都非常低, 并且由于非常复杂, 所以资金成本和这种设备的运行成本非常高。

本发明的目的是提供一种用于精馏高沸点、对空气和/或温度敏感的有用产品的混合物的方法, 具体提供一种用于整理含 VEA 产品流的方法, 该方法不具有上述缺点并且该方法是一种经济的方法, 该方法对于以高纯度和高产率分离有用产品, 就工艺工程方面而言是简单的。另外, 该方法还应当允许使用分离的装置 (该装置就工艺工程方面而言是简单的) 并且应当可以以不同并且可选可变的比率制备两种目标产品 (该目标产品纯度不同)。而且, 其还被认为有利于开发一种在更温和条件下不需进行循环的处理产品的工艺。

这个目标通过具有专利权利要求 1 的特征的方法来实现。

本发明的有利实施方式形成从属权利要求的主题。

权利要求 1 提出一种用于精馏高沸点、对空气和/或温度敏感物质 (该物质需要高分离效率) 的混合物的方法, 具体提供一种用于整理含 VE-或 VEA 产品流的方法, 所述方法的特征在于, 在第一纯化阶段, 将低沸点产品从所述产品流中分离而几乎不损失有用产品, 并且所述有用产品的未指

定异构体被取出，在第二纯化阶段，所述有用产品以一支纯度为>97 重量%的流和另一支纯度为>92 重量%的流被取走。

根据本发明，开发了一种用于纯化高沸点、对空气和/或温度敏感物质（例如，VEA）的完全新的概念。仅形成多个纯废物流（低沸点物，即，低沸点物质流/包含有用产品未指定异构体流/高沸点副产品流，在每个情况下具有非常低的 VEA 含量）和纯产品流。因此，没有产生需要进一步整理的流，该过程也消除了循环的缺陷。

本方法的优选实施方式用于整理 VEA，在该实施方式中，在第一纯化阶段中有用产品的损失基于每单位时间进料到纯化阶段的物料中的 VEA 量小于 5%。在这个特定的情况下，第一纯化阶段可以包括精馏塔，低沸点产品和 VEA 未指定异构体从该精馏塔的顶部取出，包含纯化形式的有用产品流在该精馏塔的侧部和/或底部处被取出。

然后，将第一精馏塔的侧部取出物或底部取出物在第二精馏阶段进料到第二精馏塔中，然后，VEA 从该第二精馏塔中以如下形式被取走，

—纯度>97 重量%的底部取出物和纯度>92 重量%的顶部取出物，或
—纯度>97 重量%的侧部取出物和纯度>92 重量%的由顶部取出物和底部取出物的蒸馏物组成的混合物。

根据本发明，两个精馏塔具有规则的填料，该填料具有优选>15 块理论塔板/每 mbar 压降的分离效率与压降比（基准：F 因子=1 Pa^{0.5}，塔直径 1 米，测试混合物顺式/反式十氢化萘）。特别合适的规则的填料是来自 Sulzer AG 的 OPTIFLOW 填料。根据本发明，至少侧部取出物在第二塔中通过部分冷凝以如下方式来得到：待分离的产品作为冷凝物而非蒸汽形式的产品流离开塔。为了这个目的，塔结合了对于冷凝工艺重要的重要的设计细节。

根据本发明的优选工艺的的优点如下：

- 在一个塔中实现了高效分离。通常，为了这个目的需要多个塔。
- 具体地，第一塔具有高分离效率和低压降。
- 产品的损失非常低。
- 医药级产品的纯度非常高，VEA 的含量>97 重量%。

一本工艺在 PG 或 TG 质量的产品的量方面的灵活性很大。

在本发明的另一优选实施方式中，在将粗制 VEA 进料到第一塔中以前，将产品流通入降膜蒸发器用于脱气，在该蒸发器中，具体地除去低沸点物质，例如溶剂残余物和任何残存的痕量乙酸和乙酸酐。降膜蒸发器还可以以如下方式设计，使得该降膜蒸发器还可用于降低粗制 VEA 中总氯含量，从而避免在下面阶段中出现的任何不利的腐蚀。然后，在第一塔中，将剩余的低沸点的物质和有用产品的未指定异构体在顶部分离除去，并且将 VEA 取走作为含量>96%的蒸汽形式的侧部取出物。为了生产“医药级”质量的产品，第一塔的侧部取出物流在第二塔中再次精馏。根据本发明，“医药级”质量的产品作为侧部取出物被取走。将第一塔的底部产品压入短程蒸发器中，并且作为蒸馏物与第二塔的顶部产品一起提供 VEA-TG。

以下参照附图更详细的解释本发明。

在附图中，

图 1 示出了根据本发明的方法的示意图，该示意图设计用于整理 VEA；

图 2 表示实施根据图 1 的工艺的可替换方法；和

图 3 表示在第二精馏塔和如果需要的话在第一精馏塔中，根据本发明所设置的侧部取出点。

图 1 中所示用于制备 VEA 的过程具有如下组织结构。将源自乙酰化阶段 5（维生素 E 转化成 VEA，包括分离大部分的乙酸和乙酸酐）的粗制 VEA 进料到脱气器 3（降膜蒸发器）中。在此，剩余的例如乙酸或乙酸酐的低沸点组分经由管线 2 除去。在脱气 3 底部得到的经脱气的粗制 VEA 作为物料加入精馏塔 1 的大致中部。在塔 1 的顶部 1a 处，低沸点组分和有用产品的未指定异构体经由管线 9 被除去，而几乎没有损失有用产品。将在塔 1 的底部 1b 处得到的底部取出物经由管线 11 进料到短程蒸发器 13 中。经由第一精馏塔 1 的顶部取出有用产品 VEA 的损失量基于每单位时间加入该塔的物料中 VEA 的量为<5%，优选<1%，理想地<0.5%。

塔 1 还具有侧部取出部分 15，该取出部分存在于塔加料口以下。塔 1

的侧部取出部分经由管线 17 连接到第二精馏塔 19，此时这个加料口也被大致安置在塔的中部。将在塔 19 的底部 19b 处形成的底部取出物经由管线 23 与经由管线 11 的塔 1 的底部取出物一起进料到短程蒸发器 13 中。在短程蒸馏中，得到残余物流 4 和蒸馏物流 25。蒸馏物流 25 与在塔 19 的顶部 19a 处得到的顶部取出物混合。

根据本发明，塔 19 还具有如下更详细描述侧部取出部分 27。而且，塔 1 和 19 各自具有分别被安置在顶部 1a 和 19a 中的冷凝器，和分别被设置在底部 1b 和 19b 中的蒸发器。这些其本身是用于精馏塔的常规和惯用组件是本领域技术人员公知，因此未详细描述也未在图中示出。根据本发明，两个精馏塔填装规则的填料，该填料的分离效率与压降的比大于 15 块塔板/mbar 压降（基准：F 因子 = $1 \text{ Pa}^{0.5}$ ，塔直径 1 米，测试混合物顺式/反式十氢化萘）。根据图 1 的工艺原理的显著特征如下：将由乙酰化得到的产品流中的剩余痕量低沸点组分（例如，乙酸、乙酸酐或溶剂残余物）在上游脱气器 3 中从粗制 VEA 中除去，并经由管线 2 运走。

然后，在第一塔 1 中，将剩余的低沸点组分和有用产品的未指定异构体在 1a 顶部分离出来，并且具有 >96 重量%含量的 VEA 在侧部取出点 15 通过部分冷凝取走。

根据本发明，塔 1 按如下操作：

—侧部取出物占基于所加入的物料流的约 75 重量%，该取出物具有尽可能高的 VEA 含量和少量有用产品的未指定异构体和高沸点组分。

—顶部取出物占基于物料流的约 2—5 重量%。

—被安置在顶部 105a 内的顶部冷凝器使引入的蒸汽流几乎完全冷凝，以得到回流和顶部取出物。

—依据塔的负载，塔顶部的压力优选为约 0.5—1 mbar 并且尽可能保持恒定，塔温度为 190—280℃。

保持这些指导参数并且依据塔 1 所确定的回流比，可以操控后者，使得在侧部取出物中 VEA 含量明显高于 95 重量%，并且在顶部取出物中的 VEA 含量明显低于 20 重量%。

第一塔 1 的侧部取出物经由管线 17 进料到第二塔 19，以制备 VEA-

PG。该质量的取出物依次在位置 27 处通过部分冷凝作为侧部取出物被得到，并经由产品管线 29 从设备中取走。

在第一塔 1 的底部 1b 形成的底部产品与第二塔 19 的底部产品一起被压入短程蒸发器 13 中，并得到蒸馏物，该蒸馏物与在第二塔 19 的顶部 19a 处形成的第二塔 19 的产品一起形成 VEA-TG。

在图 2 中所示的实施用于制备或纯化 VEA 产品的工艺的替换方法中，第一塔 1 没有侧部取出部。代替的是，塔 1 的底部产品经由产品流管线 11 直接并且完全转移到第二塔 19 中。这样的结果是，进料到短程蒸发器中的物料仅仅由塔 19 的底部取出物组成，并且在这种情况下，VEA-TG 仅仅由第二塔 19 的顶部产品和底部产品的蒸馏物的混合物形成。

通过在塔 19 和/或 1 中部分冷凝的侧部取出部分对实施本发明的优选工艺是决定性的。因此，在参照两个具体实施例更详细的描述 VEA 的纯化以前，更详细的解释侧部取出部。

在根据本发明的两个精馏塔 1 和 19 的如图 3 所示的部分中，逆流特征如下，在精馏塔中回流流 31 向下并且蒸汽流 33 向上，在侧部取出点的区域内，蒸汽从底部到顶部流过侧部取出部分的填料和分离元件，并且回流从顶部到底部在导向管内流动。

分配器 35 存在于侧部取出点的下方区域，该分配器 35 再分配由侧部取出部上方的收集床 37 得到的回流。为了避免（蒸汽）侧部取出物被液体污染，安装半层 Mellapak 250X 作为挡溅板 39。在上述层 39 的正上方，设置用于侧部取出的收集器 41。收集器 41 例如注入存水弯 43 并向用于取走待分离出蒸汽冷凝物的出口 45 开口。在收集器 41 上方，接着一个侧部取出物部分冷凝器 47，该冷凝器 47 例如是一个 U 型管束的热交换器的形式，并且用于生成蒸汽冷凝物。优选地，存在总取出物收集器 37 作为最高元件，该收集器 37 将所述的回流从侧部取出点的上部穿过部分冷凝器 47 转移入较低的分配器 35 中。优点在于，收集器 37 实施完全取出，使得侧部取出物不会受回流污染或不会不利地影响侧部取出物的颜色。

根据本发明，侧部取出通过将在塔中向上的蒸汽相进行部分冷凝来实现。这样的优点在于，蒸汽冷凝物（即，并非蒸汽形式的产品流）作为侧

部取出物被取出，因此由取出并由于液体的更小体积流而产生的压降明显降低了。因为取出包括部分冷凝，所以还得到附加的纯化阶段，该附加的纯化阶段也证明是特别有利。

此处应该指出，参考图 1 和 2 所描述的工艺仅表示本发明的一个工作实施例，具体地，用于实施该工艺的设备的设计可以在权利要求 1 的保护范围内在不同的方面变化。因此，根据本发明的工艺和部分侧部取出还可用于纯化维生素 E (VE)，当然也可用于整理或纯化其它物质，这些如 VE 和 VEA 的其它物质是具有高沸点并对温度敏感并且通常通过精馏塔纯化。

现在通过两个具体实例详细描述以上参照图 1 和 2 所描述的工艺。

实施例 1 (参照图 1)

将合成制备的粗制 VEA 在 185℃下和约 3 mbar 下在降膜蒸发器中脱气，该粗制 VEA 具有约 90—92%含量的 VEA，约 2—3%含量的低沸点组分（主要是植二烯），约 2—3%含量的有用产品（VEA）的未指定异构体和约 3—4%的高沸点组分。将脱气的粗制 VEA 在 180—250℃的温度下近似进料到精馏塔 1 的中部，该精馏塔 1 中具有填充高度为 6—8 m 的 Sulzer Optiflow C36 型填料。塔顶部的压力为约 0.5—1 mbar。在塔 1 顶部，约 4 质量%的物料流作为具有约 3%含量的 VEA 的顶部取出物被取走。该塔 1 在约 10—20 的回流比下操作。侧部取出点在物料流入点以下约 2—3 米的填充高度处。约 75%的具有约 96—97%含量 VEA 的物料流在侧部取出部被取走。所希望的流率通过调节部分冷凝器的顺流温度来设置。在 260—270℃的温度下在塔 1 底部得到的产品仍包含约 80—82%的 VEA。

然后，将 VEA 含量为约 96—97%的塔 1 的侧部取出物在 180—250℃的温度下大致在精馏塔 19 的中部加入作为物料，该精馏塔 19 具有填充高度为 6—8 米的 Sulzer Optiflow C36 型填料。塔 19 顶部的压力为约 0.5—1 mbar。在塔 19 顶部，约 5—15 质量%的物料流作为具有约 92—95%含量的 VEA 的顶部取出物被取走。该塔 19 在约 15—30 的回流比下操作。侧部取出点在物料流入点以下约 2—3 米的填充高度处。在侧部取出部，根据希

望量的 PG，取走 50—78%（后一数值相当于以 PG 形式所用 VEA 的 60%）的 VEA 含量大于 97%的物料流。希望的流率通过调节部分冷凝器的顺流温度来设置。根据分离比设置，在 260—270℃下在塔 19 底部得到的产品仍包含约 90—95%的 VEA。

现在将塔 1 和 19 的底部产品加入短程蒸发器 13 中，该短程蒸发器 13 在约 0.1—0.2 mbar 的压力下操作。残余物仍包含约 2—5%的 VEA，同时在蒸馏物中 VEA 的含量为约 92%。蒸馏物与塔 19 的顶部取出物一起混合得到 VEA TG。

实施例 2（参照图 2）

将合成制备的粗制 VEA 在 185℃下和约 3 mbar 下在降膜蒸发器中脱气，该粗制 VEA 具有约 90—92%含量的 VEA，约 2—3%含量的低沸点组分（主要是植二烯），约 2—3%含量的有用产品（VEA）的未指定异构体和约 3—4%的高沸点组分。将脱气的粗制 VEA 在 180—250℃的温度下大致进料到精馏塔 1 的中部，该精馏塔中具有填充高度为 6—8 m 的 Sulzer Optiflow C36 型填料。塔顶部的压力为约 0.5—1 mbar。在塔 1 顶部，约 4 质量%的物料流作为具有约 3%含量的 VEA 的顶部取出物被取走。该塔 1 在约 10—20 的回流比下操作。在 260—270℃的温度下在塔 1 底部得到的产品包含约 93—95%的 VEA。

然后，将 VEA 含量为约 93—95%的塔 1 的底部取出物在 180—250℃的温度下大致在精馏塔 19 的中部加入作为物料，该精馏塔 19 具有填充高度为 6—8 米的 Sulzer Optiflow C36 型填料。塔 19 顶部的压力为约 0.5—1 mbar。在塔 19 顶部，约 5—15 质量%的物料流作为具有约 92—95%含量的 VEA 的顶部取出物被取走去。该塔 19 在约 15—30 的回流比下操作。侧部取出点在物料流入点以下约 2—3 米的填充高度处。在侧部取出处，根据希望量的 PG，取走 40—60%（后一数值相当于以 PG 形式所用 VEA 的 60%）的 VEA 含量大于 97%的物料流。希望的流率通过调节部分冷凝器的顺流温度来设置。根据分离比设置，在 260—270℃温度下在塔 19 底部得到的产品仍包含约 82—87%的 VEA。

现在将塔 19 的底部产品进料到短程蒸发器 13 中，该短程蒸发器 13 在约 0.1—0.2 mbar 的压力下操作。根据分离比，残余物仍包含约 2—5%的 VEA，同时在蒸馏物中 VEA 的含量为约 92—95%。蒸馏物与塔 19 的顶部取出物一起混合得到 VEA TG。

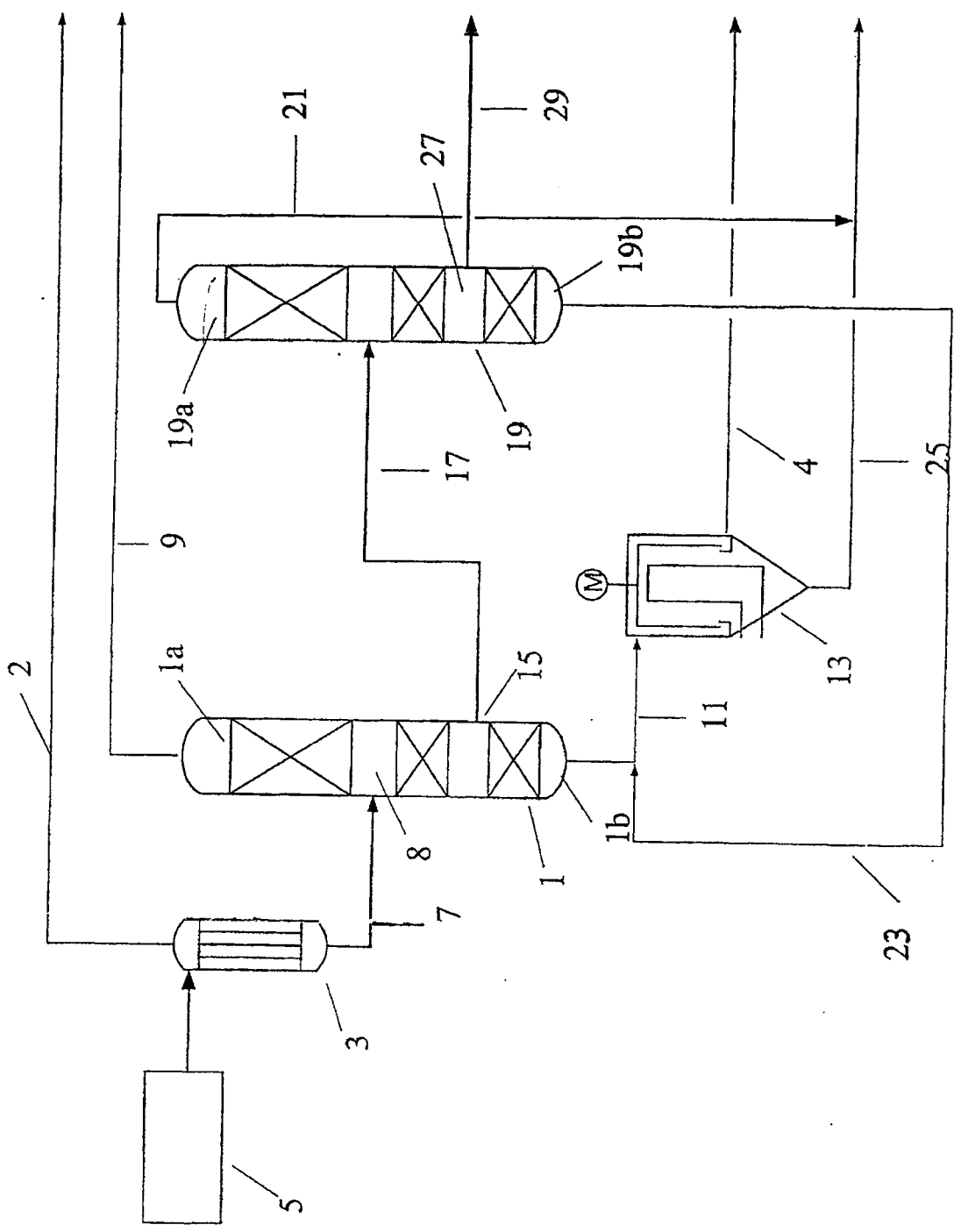


图1

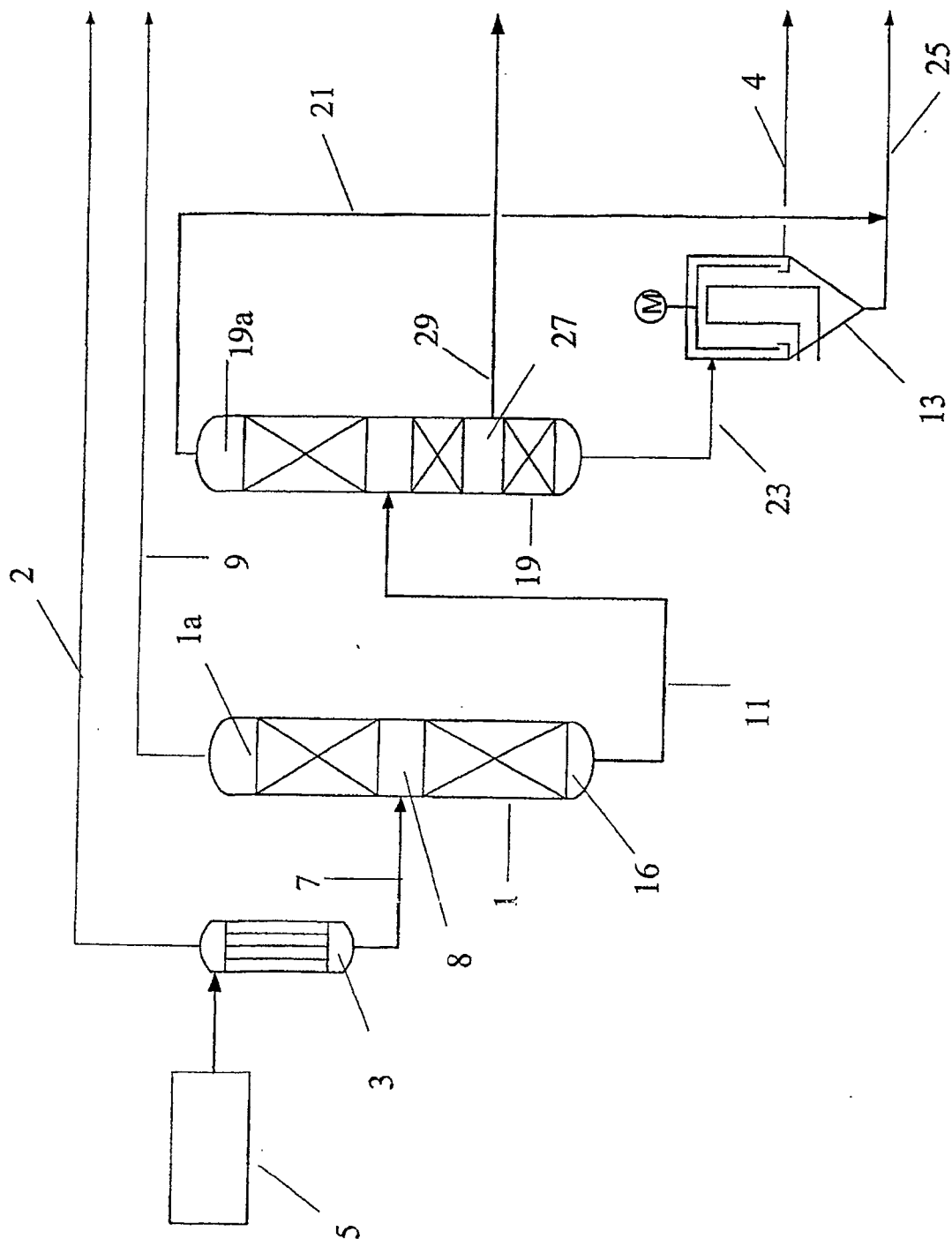


图2

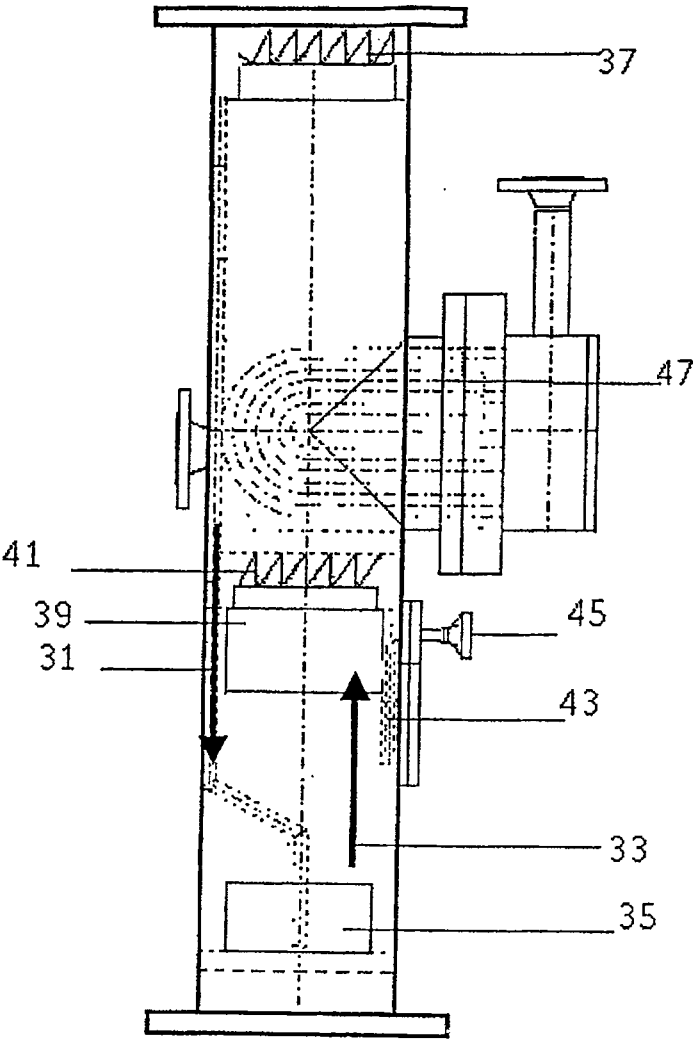


图3