



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106431940 B

(45)授权公告日 2018.07.06

(21)申请号 201610853334.2

(22)申请日 2016.09.27

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 106431940 A

(43)申请公布日 2017.02.22

(73)专利权人 连云港泰盛化工有限公司

地址 222523 江苏省连云港市灌南县堆沟
港镇化学工业园区

(72)发明人 姚春红 于建民 王苏广

(56)对比文件

CN 102432360 A, 2012.05.02,

CN 202465564 U, 2012.10.03,

CN 203417682 U, 2014.02.05,

CN 102827008 A, 2012.12.19,

JP 2014076416 A, 2014.05.01,

CN 102249942 A, 2011.11.23,

张为民.邻氨基苯硫酚制备方法的改进.《上
海化工》.1995,第20卷(第4期),第14页.

审查员 韩玉英

(74)专利代理机构 南京理工大学专利中心

32203

代理人 唐代盛

(51)Int.Cl.

C07C 213/02(2006.01)

C07C 217/84(2006.01)

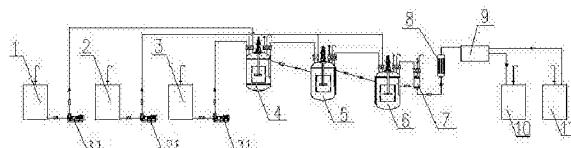
权利要求书2页 说明书4页 附图3页

(54)发明名称

硫氢化钠还原生产氨基苯甲醚的装置及方
法

(57)摘要

本发明公开了一种硫氢化钠还原生产氨基
苯甲醚的装置及方法,包括硝基苯甲醚贮槽、硫
氢化钠贮槽、液碱贮槽、一级还原釜、二级还原
釜、三级还原釜、出料液位控制罐、还原液冷却
器、还原液分离器、氨基苯甲醚贮槽、废水贮槽,
所述一级还原釜、二级还原釜、三级还原釜结构
相同。本发明实现连续化生产,自动化程度高,可
以提高生产效率,降低工人劳动强度,减少生产
成本,装置安全性能提高,做到本质安全。



1. 一种硫氢化钠还原生产氨基苯甲醚的装置，其特征在于，包括硝基苯甲醚贮槽(1)、硫氢化钠贮槽(2)、液碱贮槽(3)、一级还原釜(4)、二级还原釜(5)、三级还原釜(6)、出料液位控制罐(7)、还原液冷却器(8)、还原液分离器(9)、氨基苯甲醚贮槽(10)、废水贮槽(12)，所述一级还原釜(4)、二级还原釜(5)、三级还原釜(6)结构相同，所述一级还原釜(4)包括壳体(41)、传动装置(42)、导流筒(43)、搅拌叶片(44)、搅拌轴(45)、换热盘管(46)，所述传动装置(42)通过支架固定于壳体(41)顶部，导流筒(43)通过支架悬置于壳体(41)内，导流筒(43)内壁设有径向挡板(47)，搅拌叶片(44)通过搅拌轴(45)与传动装置(42)连接，搅拌叶片(44)悬置于导流筒(43)内，壳体(41)与导流筒(43)之间设有换热盘管(46)，壳体(41)的侧壁上设有混合液进口(48)、混合液出口(49)，在出混合液出口(49)一侧的壳体(41)的内侧设有出料堰(50)，出料堰(50)的上部敞开，出料堰(50)的下部与反应釜内部连通，所述壳体(41)顶部设有硝基苯甲醚进料口、硫氢化钠进料口、液碱进料口，其中硝基苯甲醚进料口与硝基苯甲醚进料导管一端连接，硝基苯甲醚进料导管另一端置于导流筒(43)内，硫氢化钠进料口与硫氢化钠进料导管一端连接，硫氢化钠进料导管另一端置于导流筒(43)内，液碱进料口与液碱进料导管一端连接，液碱进料导管另一端置于导流筒(43)内；所述还原液分离器(9)设有分离器混合液进口(91)、轻液出口(92)、重液出口(93)；

其中硝基苯甲醚贮槽(1)通过管道与硝基苯甲醚计量泵(11)连接，硝基苯甲醚计量泵(11)通过管道与一级还原釜(4)的硝基苯甲醚进料口连接，硫氢化钠贮槽(2)通过管道与硫氢化钠计量泵(21)连接，硫氢化钠计量泵(21)通过管道与一级还原釜(4)、二级还原釜(5)、三级还原釜(6)的硫氢化钠进料口连接，液碱贮槽(3)通过管道与液碱计量泵(31)连接，液碱计量泵(31)通过管道与一级还原釜(4)的液碱进料口连接，一级还原釜(4)的混合液出口(49)通过管道与二级还原釜(5)的混合液进口连接，二级还原釜(5)的混合液出口通过管道与三级还原釜(6)的混合液进口连接，三级还原釜(6)的混合液出口通过管道与出料液位控制罐(7)连接，出料液位控制罐(7)通过管道与还原液冷却器(8)连接，还原液冷却器(8)通过管道与还原液分离器(9)的分离器混合液进口(91)连接，还原液分离器(9)的重液出口(93)通过管道与氨基苯甲醚贮槽(10)连接，还原液分离器(9)的轻液出口(92)通过管道与废水贮槽(12)连接；

所述还原液分离器(9)的分离器壳体由前侧板(94)、左侧板(95)、右侧板(96)、带弧度的后侧板(97)、底板(98)、顶板(99)组成，分离器壳体内设有隔板(81)，隔板(81)与前侧板(94)、底板(98)密封固定连接，隔板(81)与带弧度的后侧板(97)留有间隙，隔板(81)将分离器壳体内部部分成进料区和分料区，进料区与分料区通过间隙连通，在进料区的前侧板(94)上设有分离器混合液进口(91)，在分料区的前侧板(94)上设有轻液出口(92)和重液出口(93)出口，轻液出口(92)高于重液出口(93)，重液出口(93)与重液管道(82)上端连接，重液管道(82)下端与分离器壳体内部连通；

所述带弧度的后侧板(97)上设有分离器放净口(83)；

所述一级还原釜(4)顶部通过管道与二级还原釜(5)顶部连通，二级还原釜(5)顶部通过管道与三级还原釜(6)顶部连通。

2. 根据权利要求1所述的硫氢化钠还原生产氨基苯甲醚的装置，其特征在于，所述一级还原釜(4)、二级还原釜(5)、三级还原釜(6)的壳体顶部均设有人孔，一级还原釜(4)、二级还原釜(5)、三级还原釜(6)的壳体侧壁设有温度计口，一级还原釜(4)、二级还原釜(5)、三

级还原釜(6)的壳体底部设有反应釜放净口。

3. 根据权利要求1所述的硫氢化钠还原生产氨基苯甲醚的装置,其特征在于,所述硝基苯甲醚计量泵(11)、硫氢化钠计量泵(21)、液碱计量泵(31)采用柱塞式计量泵或隔膜式计量泵。

4. 一种基于权利要求1~3任一项所述硫氢化钠还原生产氨基苯甲醚的装置生产氨基苯甲醚的方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤1、一级还原釜(4)、二级还原釜(5)、三级还原釜(6)中分别通过硫氢化钠计量泵(21)加入还原釜50%体积的硫氢化钠溶液,在搅拌转状态下升温至一定温度;

步骤2、当一级还原釜(4)、二级还原釜(5)、三级还原釜(6)壳体内达到设定温度后向一级还原釜(4)连续加入硫氢化钠溶液、液碱、硝基苯甲醚,继续保持一级还原釜(4)、二级还原釜(5)、三级还原釜(6)壳体内的温度到达设定温度,同时一级还原釜(4)向二级还原釜(5)输送混合液,二级还原釜(5)向三级还原釜(6)输送混合液,三级还原釜(6)向出料液位控制罐(7)连续出料;

步骤3、出料液位控制罐(7)出来的还原液通过还原液冷却器(8)冷却,再通过还原液分离器(9)分离得到氨基苯甲醚和废水,氨基苯甲醚存入氨基苯甲醚贮槽(10),废水流入废水贮槽(12)。

5. 根据权利要求4所述氨基苯甲醚生产方法,其特征在于,步骤2中的硝基苯甲醚为邻硝基苯甲醚或对硝基苯甲醚,或者邻硝基苯甲醚和对硝基苯甲醚任意比例的混合物。

6. 根据权利要求4所述氨基苯甲醚生产方法,其特征在于,步骤2中所述的硫氢化钠与硝基苯甲醚摩尔比为:1.52~1.80,液碱含量32%,按氢氧化钠计,液碱与硝基苯甲醚的摩尔比为:0.02~0.30:1。

7. 根据权利要求4所述氨基苯甲醚生产方法,其特征在于,步骤2中的一级还原釜(4)、二级还原釜(5)、三级还原釜(6)的壳体内反应温度控制在90~140℃。

硫氢化钠还原生产氨基苯甲醚的装置及方法

技术领域

[0001] 本发明属于化工生产领域，特别涉及一种硫氢化钠还原生产氨基苯甲醚的装置及方法。

背景技术

[0002] 氨基苯甲醚(主要为邻氨基苯甲醚或对氨基苯甲醚)是重要的染料、香料及医药中间体。目前国内生产氨基苯甲醚主要采用硫化碱还原、硫氢化钠还原和催化加氢还原三种生产工艺。采用硫化钠还原，废水、废固量大，生产成本高，采用催化加氢还原工艺需要氢气资源，对设备制造要求高，项目投资大，而采用硫氢化钠还原工艺，废水、废固量小，而且国内副产的硫氢化钠资源丰富，价格低廉，采用硫氢化钠还原工艺投资及成本优势明显。

[0003] 国内有采用硫氢化钠还原工艺生产氨基苯甲醚的厂家，但采用的是间歇还原装置生产，间歇还原装置产能低，操作劳动强度大，生产成本高。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种硫氢化钠还原生产氨基苯甲醚的装置及方法。

[0005] 实现本发明目的的技术解决方案为：一种硫氢化钠还原生产氨基苯甲醚的装置及方法，包括硝基苯甲醚贮槽、硫氢化钠贮槽、液碱贮槽、一级还原釜、二级还原釜、三级还原釜、出料液位控制罐、还原液冷却器、还原液分离器、氨基苯甲醚贮槽、废水贮槽，所述一级还原釜、二级还原釜、三级还原釜结构相同，所述一级还原釜包括壳体、传动装置、导流筒、搅拌叶片、搅拌轴、换热盘管，所述传动装置通过支架固定于壳体顶部，导流筒通过支架悬置于壳体内，导流筒内壁设有径向挡板，搅拌叶片通过搅拌轴与传动装置连接，搅拌叶片悬置于导流筒内，壳体与导流筒之间设有换热盘管，壳体的侧壁上设有混合液进口、混合液出口，在出混合液出口一侧的壳体的内侧设有出料堰，出料堰的上部敞开，出料堰的下部与反应釜内部连通，所述壳体顶部设有硝基苯甲醚进料口、硫氢化钠进料口、液碱进料口，其中硝基苯甲醚进料口与硝基苯甲醚进料导管一端连接，硝基苯甲醚进料导管另一端置于导流筒内，硫氢化钠进料口与硫氢化钠进料导管一端连接，硫氢化钠进料导管另一端置于导流筒内，液碱进料口与液碱进料导管一端连接，液碱进料导管另一端置于导流筒内；所述还原液分离器设有分离器混合液进口、轻液出口、重液出口；

[0006] 其中硝基苯甲醚贮槽通过管道与硝基苯甲醚计量泵连接，硝基苯甲醚计量泵通过管道与一级还原釜的硝基苯甲醚进料口连接，硫氢化钠贮槽通过管道与硫氢化钠计量泵连接，硫氢化钠计量泵通过管道与一级还原釜、二级还原釜、三级还原釜的硫氢化钠进料口连接，液碱贮槽通过管道与液碱计量泵连接，液碱计量泵通过管道与一级还原釜的液碱进料口连接，一级还原釜的混合液出口通过管道与二级还原釜的混合液进口连接，二级还原釜的混合液出口通过管道与三级还原釜的混合液进口连接，三级还原釜的混合液出口通过管道与出料液位控制罐连接，出料液位控制罐通过管道与还原液冷却器连接，还原液冷却器通过管道与还原液分离器的分离器混合液进口连接，还原液分离器的重液出口通过管道与

氨基苯甲醚贮槽连接,还原液分离器的轻液出口通过管道与废水贮槽连接。

[0007] 优选地,所述还原液分离器的分离器壳体由前侧板、左侧板、右侧板、带弧度的后侧板、底板、顶板组成,分离器壳体内设有隔板,隔板与前侧板、底板密封固定连接,隔板与带弧度的后侧板留有间隙,隔板将分离器壳体内部分成进料区和分料区,进料区与分料区通过间隙连通,在进料区的前侧板上设有分离器混合液进口,在分料区的前侧板上设有轻液出口和重液出口出口,轻液出口高于重液出口,重液出口与重液管道上端连接,重液管道下端与分离器壳体内部连通。

[0008] 优选地,所述带弧度的后侧板上设有分离器放净口。

[0009] 优选地,所述一级还原釜、二级还原釜、三级还原釜的壳体顶部均设有人孔,一级还原釜、二级还原釜、三级还原釜的壳体侧壁设有温度计口,一级还原釜、二级还原釜、三级还原釜的壳体底部设有反应釜放净口。

[0010] 优选地,所述硝基苯甲醚计量泵、硫氢化钠计量泵、液碱计量泵采用柱塞式计量泵或隔膜式计量泵。

[0011] 优选地,所述一级还原釜顶部通过管道与二级还原釜顶部连通,二级还原釜顶部通过管道与三级还原釜顶部连通。

[0012] 一种基于权利硫氢化钠还原生产氨基苯甲醚的装置及氨基苯甲醚生产方法,包括以下步骤:

[0013] 步骤1、一级还原釜、二级还原釜、三级还原釜中分别通过硫氢化钠计量泵加入还原釜50%体积的硫氢化钠溶液,在搅拌转状态下升温至一定温度;

[0014] 步骤2、当一级还原釜、二级还原釜、三级还原釜壳体内达到设定温度后向一级还原釜连续加入硫氢化钠溶液、液碱、硝基苯甲醚,继续保持一级还原釜、二级还原釜、三级还原釜壳体内的温度到达设定温度,同时一级还原釜向二级还原釜输送混合液,二级还原釜向三级还原釜输送混合液,三级还原釜向出料液位控制罐连续出料;

[0015] 步骤3、出料液位控制罐出来的还原液通过还原液冷却器冷却,再通过还原液分离器分离得到氨基苯甲醚和废水,氨基苯甲醚存入氨基苯甲醚贮槽,废水流入废水贮槽。

[0016] 优选地,步骤2中硝基苯甲醚可以是邻硝基苯甲醚或对硝基苯甲醚,也可以是邻硝基苯甲醚和对硝基苯甲醚任意比例的混合物。

[0017] 优选地,步骤2中硫氢化钠与硝基苯甲醚摩尔比为:1.52~1.80,液碱含量32%,液碱(按氢氧化钠计)与硝基苯甲醚的摩尔比为:0.02~0.30:1。

[0018] 优选地,步骤2中一级还原釜、二级还原釜、三级还原釜的壳体内反应温度控制在90~140℃。

[0019] 本发明与现有技术相比,其显著优点为:1)实现连续化生产,设备体积小,造价低,装置占地面积小;2)连续化生产,容易实现自动化控制,生产效率高,工人劳动强度小;3)一级还原釜、二级还原釜、三级还原釜内设置导流筒,导流筒的作用:可以提高液体的混合效率,一方面提高了对液体的搅拌程度,加强了搅拌器对液体的直接机械剪切作用;另一方面使器内所有液体均能通过导流筒内的强烈混合区,减少了液体走短路的机会。导流筒内壁设有径向挡板可以有效的阻止釜内液体的圆周运动;4)设置出料液位控制罐可以间接控制三级还原釜的液位,保证还原釜内液面稳定;5)还原液分离器利用连通器和液体密度差原理,实现了氨基苯甲醚和废水连续自动分层,分层速度快,分层效果好;6)连续化生产实现

体系内物料成分稳定,工艺参数波动小,反应平稳,装置安全性能提高,做到本质安全。

[0020] 下面结合附图对本发明作进一步详细描述。

附图说明

[0021] 图1为发明硫氢化钠还原生产氨基苯甲醚的装置结构示意图。

[0022] 图2为一级还原釜结构示意图。

[0023] 图3为还原液分离器俯视结构示意图。

[0024] 图4为还原液分离器侧视结构示意图。

具体实施方式

[0025] 一种硫氢化钠还原生产氨基苯甲醚的装置及方法,包括硝基苯甲醚贮槽1、硫氢化钠贮槽2、液碱贮槽3、一级还原釜4、二级还原釜5、三级还原釜6、出料液位控制罐7、还原液冷却器8、还原液分离器9、氨基苯甲醚贮槽10、废水贮槽11,所述一级还原釜4、二级还原釜5、三级还原釜6结构相同,所述一级还原釜4包括壳体41、传动装置42、导流筒43、搅拌叶片44、搅拌轴45、换热盘管46,所述传动装置42通过支架固定于壳体41顶部,导流筒43通过支架悬置于壳体41内,导流筒43内壁设有径向挡板47,搅拌叶片44通过搅拌轴45与传动装置42连接,搅拌叶片44悬置于导流筒43内,壳体41与导流筒43之间设有换热盘管46,壳体41的侧壁上设有混合液进口48、混合液出口49,在出混合液出口49一侧的壳体41的内侧设有出料堰50,出料堰50的上部敞开,出料堰50的下部与反应釜内部连通,所述壳体41顶部设有硝基苯甲醚进料口、硫氢化钠进料口、液碱进料口,其中硝基苯甲醚进料口与硝基苯甲醚进料导管一端连接,硝基苯甲醚进料导管另一端置于导流筒43内,硫氢化钠进料口与硫氢化钠进料导管一端连接,硫氢化钠进料导管另一端置于导流筒43内,液碱进料口与液碱进料导管一端连接,液碱进料导管另一端置于导流筒43内;所述还原液分离器9设有分离器混合液进口91、轻液出口92、重液出口93;

[0026] 其中硝基苯甲醚贮槽1通过管道与硝基苯甲醚计量泵11连接,硝基苯甲醚计量泵11通过管道与一级还原釜4的硝基苯甲醚进料口连接,硫氢化钠贮槽2通过管道与硫氢化钠计量泵21连接,硫氢化钠计量泵21通过管道与一级还原釜4、二级还原釜5、三级还原釜6的硫氢化钠进料口连接,液碱贮槽3通过管道与液碱计量泵31连接,液碱计量泵31通过管道与一级还原釜4的液碱进料口连接,一级还原釜4的混合液出口49通过管道与二级还原釜5的混合液进口连接,二级还原釜5的混合液出口通过管道与三级还原釜6的混合液进口连接,三级还原釜6的混合液出口通过管道与出料液位控制罐7连接,出料液位控制罐7通过管道与还原液冷却器8连接,还原液冷却器8通过管道与还原液分离器9的分离器混合液进口91连接,还原液分离器9的重液出口93通过管道与氨基苯甲醚贮槽10连接,还原液分离器9的轻液出口92通过管道与废水贮槽11连接。

[0027] 还原液分离器9的分离器壳体由前侧板94、左侧板95、右侧板96、带弧度的后侧板97、底板98、顶板99组成,分离器壳体内设有隔板81,隔板81与前侧板94、底板98密封固定连接,隔板81与带弧度的后侧板97留有间隙,隔板81将分离器壳体内部分成进料区和分料区,进料区与分料区通过间隙连通,在进料区的前侧板94上设有分离器混合液进口91,在分料区的前侧板94上设有轻液出口92和重液出口93出口,轻液出口92高于重液出口93,重液出

口93与重液管道82上端连接,重液管道82下端与分离器壳体内部连通。

[0028] 带弧度的后侧板97上设有分离器放净口83。

[0029] 所述一级还原釜4、二级还原釜5、三级还原釜6的壳体顶部均设有人孔,一级还原釜4、二级还原釜5、三级还原釜6的壳体侧壁设有温度计口,一级还原釜4、二级还原釜5、三级还原釜6的壳体底部设有反应釜放净口,便于维修和清理还原釜。

[0030] 所述硝基苯甲醚计量泵11、硫氢化钠计量泵21、液碱计量泵31采用柱塞式计量泵或隔膜式计量泵。

[0031] 所述一级还原釜4顶部通过管道与二级还原釜5顶部连通,二级还原釜5顶部通过管道与三级还原釜6顶部连通,配合每个还原釜的压力安全阀可以保持一级还原釜4、二级还原釜5、三级还原釜5内部压力稳定安全。

[0032] 一种基于硫氢化钠还原生产氨基苯甲醚的装置的氨基苯甲醚生产方法,包括以下步骤:

[0033] 步骤1、一级还原釜4、二级还原釜5、三级还原釜6中分别通过硫氢化钠计量泵21加入还原釜50%体积的硫氢化钠溶液,在搅拌转状态下升温至一定温度;

[0034] 步骤2、当一级还原釜4、二级还原釜5、三级还原釜6壳体内达到设定温度后向一级还原釜4连续加入硫氢化钠溶液、液碱、硝基苯甲醚,继续保持一级还原釜4、二级还原釜5、三级还原釜6壳体内的温度到达设定温度,同时一级还原釜4向二级还原釜5输送混合液,二级还原釜5向三级还原釜6输送混合液,三级还原釜6向出料液位控制罐7连续出料;

[0035] 步骤3、出料液位控制罐7出来的还原液通过还原液冷却器8冷却,再通过还原液分离器9分离得到氨基苯甲醚和废水,氨基苯甲醚存入氨基苯甲醚贮槽10,废水流入废水贮槽11。

[0036] 步骤2中硝基苯甲醚可以是邻硝基苯甲醚或对硝基苯甲醚,也可以是邻硝基苯甲醚和对硝基苯甲醚任意比例的混合物。

[0037] 步骤2中硫氢化钠与硝基苯甲醚摩尔比为:1.52~1.80,液碱含量32%,液碱(按氢氧化钠计)与硝基苯甲醚的摩尔比为:0.02~0.30:1。

[0038] 步骤2中一级还原釜4、二级还原釜5、三级还原釜6的壳体内反应温度控制在90~140℃。

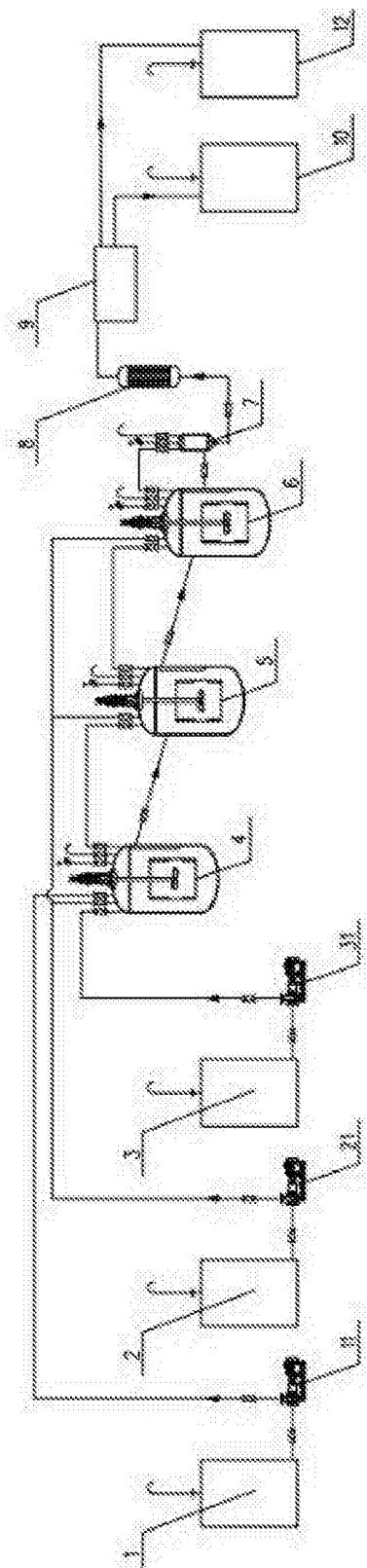


图1

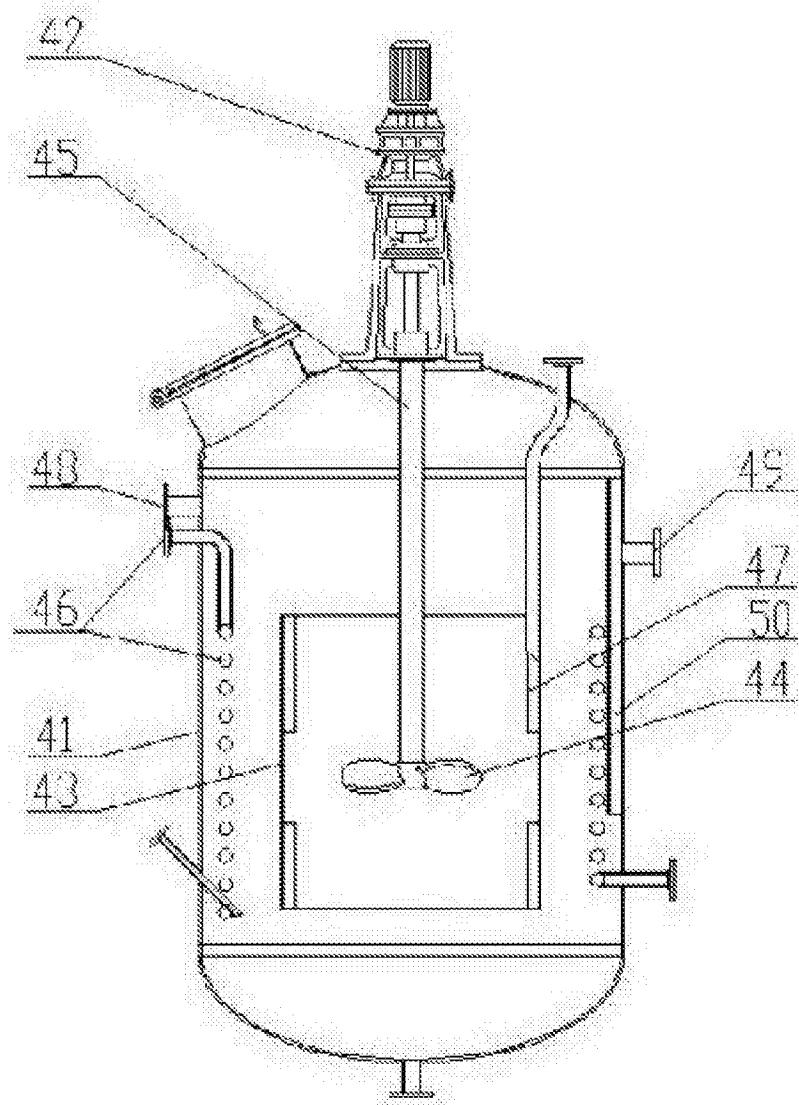


图2

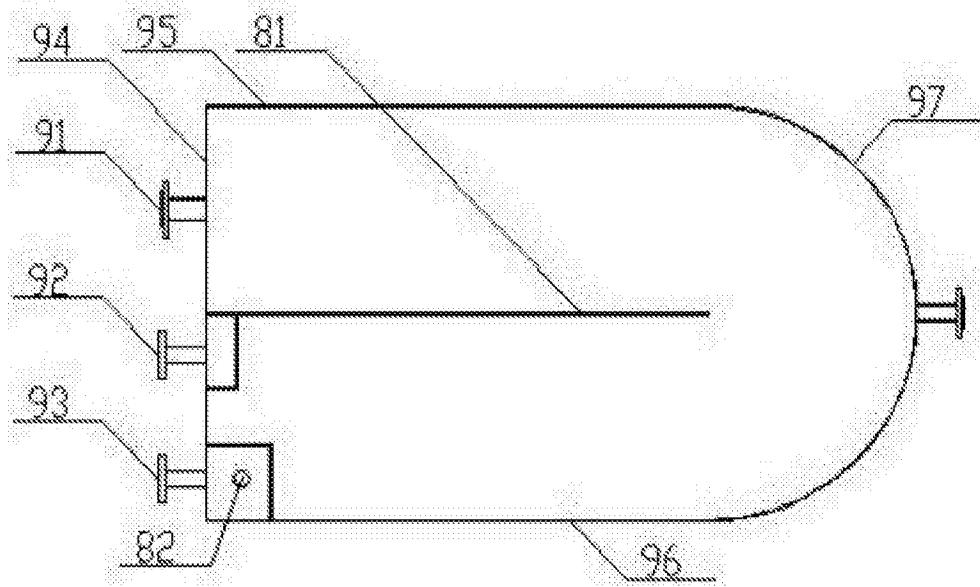


图3

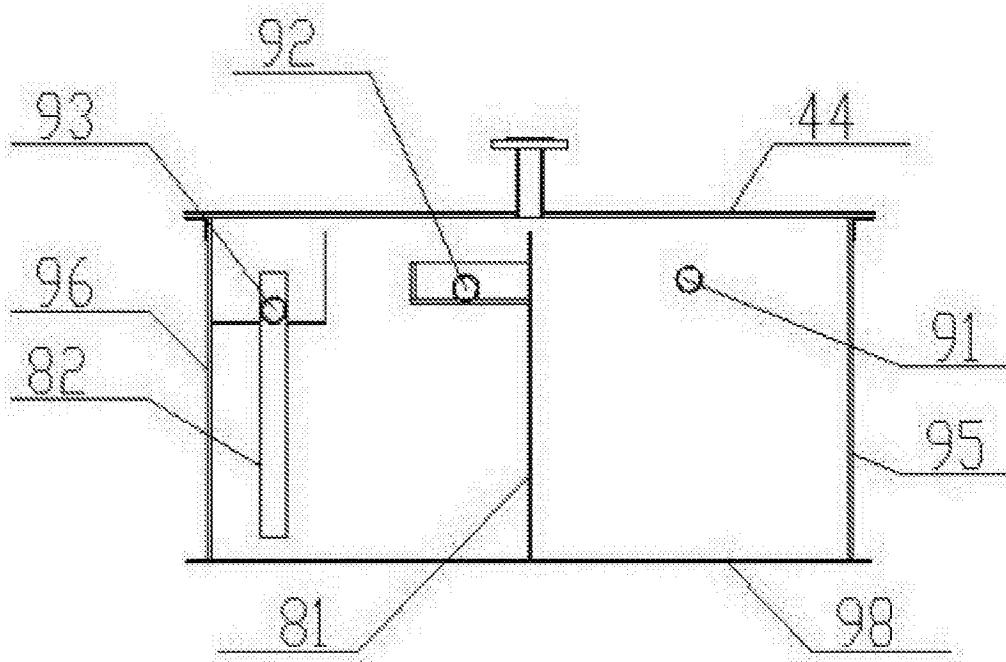


图4