



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103483147 B

(45) 授权公告日 2016. 05. 04

(21) 申请号 201310232441. X

(22) 申请日 2013. 06. 13

(30) 优先权数据

1210256. 2 2012. 06. 11 GB

(73) 专利权人 因温斯特技术公司

地址 瑞士圣加伦

(72) 发明人 格雷厄姆·艾尔德 科林·安德森

拉克海什·马丁 菲利普·N·沃德

阿什利·韦尔斯

罗伯特·E·史提森

(74) 专利代理机构 中科专利商标代理有限责任

公司 11021

代理人 陈平

(51) Int. Cl.

C07C 29/80(2006. 01)

C07C 29/76(2006. 01)

C07C 31/12(2006. 01)

C07C 31/04(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 203923057 U, 2014. 11. 05,

US 5449440 A, 1995. 09. 12,

CN 102471195 A, 2012. 05. 23,

审查员 李虎强

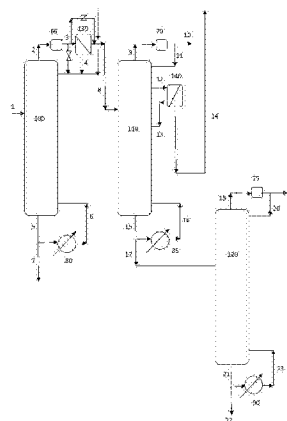
权利要求书6页 说明书8页 附图2页

(54) 发明名称

改进的丁醇回收方法和装置

(57) 摘要

本发明提供改进的丁醇回收方法和装置。具体地, 本发明提供用于从包含水、甲醇、丙醇、丁醇和任选的其他有机化合物的混合物回收丁醇的改进方法和装置。更具体地, 本发明涉及用于从包含水、甲醇、丙醇、丁醇和其他有机化合物的混合物回收作为基本上纯产物的丁醇的方法和装置。



1. 一种用于从包含水、甲醇、丙醇、丁醇和任选的其他有机化合物的混合物回收丁醇的方法,所述方法包括以下步骤:

a) 将包含水、甲醇、丙醇、丁醇和任选的其他有机化合物的混合物经由侧入口进料至保持在受控的条件的第一蒸馏塔,从而所述第一蒸馏塔的底部馏分流包含水,并且所述第一蒸馏塔的顶部馏分流包含甲醇、丙醇、丁醇、余下的水和其他有机化合物,

b) 任选地将步骤 a) 的所述顶部馏分流进料至第一相分离器,从而所述第一相分离器的底部流包含水,并且所述第一相分离器的顶部流包含甲醇、丙醇、丁醇、余下的水和其他有机化合物,

c) 将步骤 a) 的所述顶部馏分流或步骤 b) 的顶部流经由侧入口进料至保持在受控的条件第二蒸馏塔,从而所述第二蒸馏塔的侧馏分流包含丙醇、丁醇、水和其他有机化合物,所述第二蒸馏塔的顶部馏分流包含甲醇、丙醇、挥发性有机化合物和水,并且所述第二蒸馏塔的底部馏分流包含丁醇和非挥发性有机化合物,

d) 将步骤 c) 的所述侧馏分流进料至第二相分离器,从而产生顶部有机相流和底部水相流,

e) 将步骤 d) 的所述有机相流在用于所述第二蒸馏塔的所述侧馏分流的出口下面进料至所述第二蒸馏塔,

f) 将步骤 d) 的所述水相流和步骤 b) 的底部流进料至所述第一蒸馏塔,

g) 将步骤 c) 的包含丁醇和非挥发性有机化合物的所述底部馏分流进料至保持在受控的条件第三蒸馏塔,从而所述第三蒸馏塔的底部馏分流包含丁醇和非挥发性有机化合物,并且所述第三蒸馏塔的顶部馏分流包含 95 至 100 重量%丁醇,和

h) 从步骤 g) 的所述顶部馏分流回收所述丁醇。

2. 权利要求 1 所述的方法,其中在步骤 h) 中回收的步骤 g) 的所述顶部馏分流中的至少 96 重量%是丁醇。

3. 权利要求 1 或权利要求 2 所述的方法,其中在步骤 h) 中回收的步骤 g) 的所述顶部馏分流具有小于 15 的颜色因子,其中所述颜色因子是指通过 ASTM D1209 确定的铂-钴颜色标度值。

4. 权利要求 1 或权利要求 2 所述的方法,其中步骤 a) 的所述进料混合物包含 50 至 99.7%水、0.1 至 15%甲醇、0.1 至 5%丙醇以及 0.1 至 30%丁醇。

5. 权利要求 1 所述的方法,其中所述第一蒸馏塔的所述受控的条件包括 0.1 至 450 巴绝压的压力。

6. 权利要求 1 所述的方法,其中所述第二蒸馏塔的所述受控的条件包括 0.1 至 35 巴绝压的压力。

7. 权利要求 1 所述的方法,其中所述第三蒸馏塔的所述受控的条件包括 0.01 至 35 巴绝压的压力。

8. 权利要求 5 至 7 中任一项所述的方法,其中所述第一、第二或第三蒸馏塔的所述受控的条件包括 1.0 ± 0.2 巴绝压的压力。

9. 权利要求 1 或权利要求 2 所述的方法,其中在所述第二蒸馏塔上,步骤 c) 的侧馏分流取出位置低于步骤 c) 的所述进料位置。

10. 权利要求 9 所述的方法,其中将所述侧馏分流保持在低于 100℃。

11. 一种用于从包含水、甲醇、丙醇、丁醇和任选的其他有机化合物的混合物回收丁醇的方法,所述方法包括以下步骤:

a) 将包含水、甲醇、丙醇、丁醇和其他有机化合物的混合物经由侧入口进料至保持在受控的条件的第一蒸馏塔,从而所述第一蒸馏塔的底部馏分流包含水,并且所述第一蒸馏塔的顶部馏分流包含甲醇、丙醇、丁醇、余下的水和其他有机化合物,

b) 将步骤 a) 的所述顶部馏分流进料至第一相分离器,从而产生底部水相流和顶部有机相流,

c) 将步骤 b) 的所述水相流进料至所述第一蒸馏塔,

d) 将步骤 b) 的所述有机相流经由侧入口进料至保持在受控的条件第二蒸馏塔,从而所述第二蒸馏塔的底部馏分流包含丙醇、丁醇、水和非挥发性有机化合物,并且所述第二蒸馏塔的顶部馏分流包含甲醇和挥发性有机化合物,

e) 将步骤 d) 的所述底部馏分流进料至第二相分离器,从而产生底部水相流和顶部有机相流,

f) 将步骤 e) 的所述水相流进料至所述第一蒸馏塔,

g) 将步骤 e) 的所述有机相流经由侧入口进料至保持在受控的条件第三蒸馏塔,从而所述第三蒸馏塔的底部馏分流包含丁醇和非挥发性有机化合物,所述第三蒸馏塔的顶部馏分流包含丙醇、丁醇、水和挥发性有机化合物,并且所述第三蒸馏塔的侧馏分流包含丙醇、丁醇和水,

h) 将步骤 g) 的所述侧馏分流进料至第三相分离器,从而产生底部水相流和顶部有机相流,

i) 将步骤 h) 的所述顶部有机相流经由侧入口进料至所述第三蒸馏塔,

j) 将步骤 h) 的所述底部水相流进料至所述第一蒸馏塔,

k) 将步骤 g) 的包含丁醇和非挥发性有机化合物的所述底部馏分流进料至保持在受控的条件第四蒸馏塔,从而所述第四蒸馏塔的底部馏分流包含丁醇和非挥发性有机化合物,并且所述第四蒸馏塔的顶部馏分流包含 95 至 100 重量%丁醇,和

l) 从步骤 k) 的所述顶部馏分流回收所述丁醇。

12. 权利要求 11 所述的方法,其中在步骤 l) 中回收的来自步骤 k) 的所述顶部馏分流中的至少 96 重量%是丁醇。

13. 权利要求 11 或权利要求 12 所述的方法,其中在步骤 l) 中回收的来自步骤 k) 的所述顶部馏分流具有小于 15 的颜色因子,其中所述颜色因子是指通过 ASTM D1209 确定的铂-钴颜色标度值。

14. 权利要求 11 或 12 所述的方法,其中步骤 a) 的所述进料混合物包括 50 至 99.7% 水、0.1 至 15% 甲醇、0.1 至 5% 丙醇以及 0.1 至 30% 丁醇。

15. 权利要求 11 或 12 所述的方法,其中所述第一蒸馏塔的所述受控的条件包括 0.1 至 450 巴绝压的压力。

16. 权利要求 11 或 12 所述的方法,其中所述第二蒸馏塔的所述受控的条件包括 0.2 至 50 巴绝压的压力。

17. 权利要求 11 或 12 所述的方法,其中所述第三蒸馏塔的所述受控的条件包括 0.1 至 35 巴绝压的压力。

18. 权利要求 11 或 12 所述的方法, 其中所述第四蒸馏塔的所述受控的条件包括 0.02 至 35 巴绝压的压力。

19. 权利要求 11 或 12 所述的方法, 其中所述第一、第二、第三或第四蒸馏塔的所述受控的条件包括 1.0 ± 0.2 巴绝压的压力。

20. 权利要求 11 或 12 所述的方法, 其中所述第一蒸馏塔的所述受控的条件包括 0.2 至 3 巴绝压的压力。

21. 权利要求 11 或 12 所述的方法, 其中所述第二蒸馏塔的所述受控的条件包括 0.2 至 2 巴绝压的压力。

22. 权利要求 11 或 12 所述的方法, 其中所述第三蒸馏塔的所述受控的条件包括 0.1 至 2 巴绝压的压力。

23. 权利要求 11 或 12 所述的方法, 其中所述第四蒸馏塔的所述受控的条件包括 0.1 至 2 巴绝压的压力。

24. 权利要求 11 或 12 所述的方法, 其中将步骤 d) 的所述第二蒸馏塔的所述顶部馏分流进料至甲醇回收系统。

25. 权利要求 11 或 12 所述的方法, 其中在所述第三蒸馏塔上, 步骤 g) 的所述侧馏分流取出位置低于步骤 g) 的所述进料位置。

26. 权利要求 25 所述的方法, 其中将所述侧馏分流保持在低于 100°C 。

27. 一种用于从包含水、甲醇、丙醇、丁醇和任选的其他有机化合物的混合物回收丁醇的装置, 所述装置包括:

a) 第一蒸馏塔, 所述第一蒸馏塔包括侧入口、顶部出口和底部出口, 其中将包含水、甲醇、丙醇、丁醇和任选的其他有机化合物的混合物经由所述第一蒸馏塔的所述侧入口进料至第一蒸馏塔, 将所述第一蒸馏塔的包含水的底部馏分流从所述第一蒸馏塔的所述底部出口取出, 并且将所述第一蒸馏塔的包含甲醇、丙醇、丁醇、余下的水和其他有机化合物的顶部馏分流从所述第一蒸馏塔的所述顶部出口取出,

b) 第二蒸馏塔, 所述第二蒸馏塔包括第一侧入口、顶部出口、底部出口、侧出口和低于所述第二蒸馏塔的所述侧出口的第二入口, 其中将所述第一蒸馏塔的所述顶部馏分流经由所述第二蒸馏塔的所述第一侧入口直接或间接进料至所述第二蒸馏塔, 将所述第二蒸馏塔的包含丙醇、丁醇、水和其他有机化合物的侧馏分流从所述第二蒸馏塔经由所述第二蒸馏塔的所述侧出口取出, 将所述第二蒸馏塔的包含甲醇、丙醇、挥发性有机化合物和水的顶部馏分流从所述第二蒸馏塔经由所述第二蒸馏塔的所述顶部出口取出, 并且将所述第二蒸馏塔的包含丁醇和非挥发性有机化合物的底部馏分流从所述第二蒸馏塔经由所述第二蒸馏塔的所述底部出口取出,

c) 第二相分离器, 将所述第二蒸馏塔的所述侧馏分流进料至所述第二相分离器, 从而产生顶部有机相流和底部水相流, 其中将所述第二相分离器的所述有机相流经由所述第二蒸馏塔的所述第二入口进料至所述第二蒸馏塔, 并且将所述第二相分离器的所述水相流进料至所述第一蒸馏塔, 和

d) 第三蒸馏塔, 所述第三蒸馏塔包括侧入口、顶部出口和底部出口, 其中将所述第二蒸馏塔的包含丁醇和非挥发性有机化合物的所述底部馏分流经由所述第三蒸馏塔的所述侧入口进料至所述第三蒸馏塔, 将所述第三蒸馏塔的包含丁醇和非挥发性有机化合物的底部

馏分流从所述第三蒸馏塔经由所述第三蒸馏塔的所述底部出口取出,并且将所述第三蒸馏塔的包含 95 至 100 重量%丁醇的顶部馏分流从所述第三蒸馏塔经由所述第三蒸馏塔的所述顶部出口取出。

28. 权利要求 27 所述的装置,所述装置还包括第一相分离器,将所述第一蒸馏塔的所述顶部馏分流进料至所述第一相分离器,从而所述第一相分离器的底部流包含水,并且所述第一相分离器的顶部流包含甲醇、丙醇、丁醇、余下的水和其他有机化合物,其中将所述第一相分离器的包含水的所述底部流进料至所述第一蒸馏塔,并且将所述第一相分离器的包含甲醇、丙醇、丁醇、余下的水和其他有机化合物的所述顶部流经由所述第二蒸馏塔的所述侧入口进料至所述第二蒸馏塔。

29. 权利要求 27 所述的装置,其中所述第一蒸馏塔还包括再沸器,其中使一部分所述第一蒸馏塔的所述底部馏分流通过所述第一蒸馏塔的所述再沸器并且返回至所述第一蒸馏塔的底部。

30. 权利要求 27 所述的装置,其中所述第一蒸馏塔还包括冷凝器,其中使所述第一蒸馏塔的所述顶部馏分流通过所述第一蒸馏塔的所述冷凝器,并且使一部分所冷凝的顶部馏分流回流至所述第一蒸馏塔的顶部,并且使其余的所冷凝的顶部馏分流经由所述第二蒸馏塔的所述第一侧入口送至所述第二蒸馏塔。

31. 权利要求 28 所述的装置,其中所述第一蒸馏塔还包括冷凝器,其中使所述第一蒸馏塔的所述顶部馏分流通过所述冷凝器,并且使一部分所冷凝的顶部馏分流回流至所述第一蒸馏塔的顶部,并且使其余的所冷凝的顶部馏分流送至所述第一相分离器。

32. 权利要求 27 所述的装置,其中所述第二蒸馏塔还包括再沸器,其中使所述第二蒸馏塔的一部分所述底部馏分流通过所述第二蒸馏塔的所述再沸器并返回至所述第二蒸馏塔的底部。

33. 权利要求 27 所述的装置,其中所述第二蒸馏塔还包括冷凝器,其中使所述第二蒸馏塔的所述顶部馏分流通过所述第二蒸馏塔的所述冷凝器,并且使一部分所冷凝的顶部馏分流回流至所述第二蒸馏塔的顶部。

34. 权利要求 27 所述的装置,其中所述第三蒸馏塔还包括再沸器,其中使所述第三蒸馏塔的一部分所述底部馏分流通过所述第三蒸馏塔的所述再沸器并返回至所述第三蒸馏塔的底部。

35. 权利要求 27 所述的装置,其中所述第三蒸馏塔还包括冷凝器,其中使所述第三蒸馏塔的所述顶部馏分流通过所述第三蒸馏塔的所述冷凝器,并且使一部分所冷凝的顶部馏分流回流至所述第三蒸馏塔的顶部,并且其余的所冷凝的顶部馏分流作为丁醇产物获得。

36. 权利要求 27 所述的装置,其中所述第一蒸馏塔、所述第二蒸馏塔和所述第三蒸馏塔中的每一个包含填料或塔板。

37. 权利要求 27 所述的装置,其中所述第一蒸馏塔、所述第二蒸馏塔和所述第三蒸馏塔中的每一个包含塔板。

38. 权利要求 28 所述的装置,其中所述第一相分离器和所述第二相分离器中的每一个是倾析器。

39. 权利要求 28 所述的装置,其中所述第一相分离器和所述第二相分离器中的每一个是聚结分离器。

40. 一种用于从包含水、甲醇、丙醇、丁醇和任选的其他有机化合物的混合物回收丁醇的装置,所述装置包括:

a) 第一蒸馏塔,所述第一蒸馏塔包括侧入口、顶部出口和底部出口,其中将包含水、甲醇、丙醇、丁醇和其他有机化合物的混合物经由所述第一蒸馏塔的所述侧入口进料至第一蒸馏塔,将所述第一蒸馏塔的包含水的底部馏分流从所述第一蒸馏塔的所述底部出口取出,并且将所述第一蒸馏塔的包含甲醇、丙醇、丁醇、余下的水和其他有机化合物的顶部馏分流从所述第一蒸馏塔的所述顶部出口取出,

b) 第一相分离器,将所述第一蒸馏塔的所述顶部馏分流进料至所述第一相分离器,从而产生底部水相流和顶部有机相流,其中将所述第一相分离器的所述水相流进料至所述第一蒸馏塔,

c) 第二蒸馏塔,所述第二蒸馏塔包括侧入口、顶部出口和底部出口,其中将所述第一相分离器的所述有机相流经由所述第二蒸馏塔的所述侧入口进料至所述第二蒸馏塔,其中将所述第二蒸馏塔的包含丙醇、丁醇、水和非挥发性有机化合物的底部馏分流从所述第二蒸馏塔经由所述第二蒸馏塔的所述底部出口取出,并且将所述第二蒸馏塔的包含甲醇和挥发性有机化合物的顶部馏分流从所述第二蒸馏塔经由所述第二蒸馏塔的所述顶部出口取出,

d) 第二相分离器,将所述第二蒸馏塔的所述底部馏分流进料至所述第二相分离器,从而产生底部水相流和顶部有机相流,其中将所述第二相分离器的所述水相流进料至所述第一蒸馏塔,

e) 第三蒸馏塔,所述第三蒸馏塔包括第一侧入口、顶部出口、底部出口、侧出口和在所述第三蒸馏塔的所述侧出口下面的第二入口,其中将所述第二相分离器的所述有机相流经由所述第三蒸馏塔的所述侧入口进料至所述第三蒸馏塔,其中将所述第三蒸馏塔的包含丁醇和非挥发性有机化合物的底部馏分流从所述第三蒸馏塔经由所述第三蒸馏塔的所述底部出口取出,将所述第三蒸馏塔的包含丙醇、丁醇、水和挥发性有机化合物的顶部馏分流从所述第三蒸馏塔的所述顶部出口取出,并且将所述第三蒸馏塔的包含丙醇、丁醇和水的侧馏分流从所述第三蒸馏塔经由所述第三蒸馏塔的所述侧出口取出,

f) 第三相分离器,将所述第三蒸馏塔的所述侧馏分流进料至所述第三相分离器,从而产生底部水相流和顶部有机相流,其中将所述第三相分离器的所述顶部有机相流经由所述第二入口进料至所述第三蒸馏塔,并且将所述第三相分离器的所述底部水相流进料至所述第一蒸馏塔,和

g) 第四蒸馏塔,所述第四蒸馏塔包括侧入口、顶部出口和底部出口,其中将所述第三蒸馏塔的包含丁醇和非挥发性有机化合物的所述底部馏分流进料至所述第四蒸馏塔,从而将所述第四蒸馏塔的包含丁醇和非挥发性有机化合物的底部馏分流从所述第四蒸馏塔经由所述第四蒸馏塔的所述底部出口取出,并且将所述第四蒸馏塔的包含 95 至 100 重量%丁醇的顶部馏分流从所述第四蒸馏塔经由所述第四蒸馏塔的所述顶部出口取出作为丁醇产物。

41. 权利要求 40 所述的装置,其中所述第一蒸馏塔还包括再沸器,其中使所述第一蒸馏塔的一部分所述底部馏分流通过所述第一蒸馏塔的所述再沸器并返回至所述第一蒸馏塔的底部。

42. 权利要求 40 所述的装置,其中所述第一蒸馏塔还包括冷凝器,其中使所述第一蒸馏塔的所述顶部馏分流通过所述冷凝器,并且使一部分所冷凝的顶部馏分流回流至所述第

一蒸馏塔的顶部,并且使其余的所冷凝的顶部馏分流送至所述第一相分离器。

43. 权利要求 40 所述的装置,其中所述第二蒸馏塔还包括再沸器,其中使所述第二蒸馏塔的一部分所述底部馏分流通过所述第二蒸馏塔的所述再沸器并返回至所述第二蒸馏塔的底部。

44. 权利要求 40 所述的装置,其中所述第二蒸馏塔还包括冷凝器,其中使所述第二蒸馏塔的所述顶部馏分流通过所述第二蒸馏塔的所述冷凝器,并且使一部分所冷凝的顶部馏分流回流至所述第二蒸馏塔的顶部。

45. 权利要求 40 所述的装置,其中所述第三蒸馏塔还包括再沸器,其中使所述第三蒸馏塔的一部分所述底部馏分流通过所述第三蒸馏塔的所述再沸器并返回至所述第三蒸馏塔的底部。

46. 权利要求 40 所述的装置,其中所述第三蒸馏塔还包括冷凝器,其中使所述第三蒸馏塔的所述顶部馏分流通过所述第三蒸馏塔的所述冷凝器,并且使一部分所冷凝的顶部馏分流回流至所述第三蒸馏塔的顶部。

47. 权利要求 40 所述的装置,其中所述第四蒸馏塔还包括再沸器,其中使所述第四蒸馏塔的一部分所述底部馏分流通过所述第四蒸馏塔的所述再沸器并返回至所述第四蒸馏塔的底部。

48. 权利要求 40 所述的装置,其中所述第四蒸馏塔还包括冷凝器,其中使所述第四蒸馏塔的所述顶部馏分流通过所述第四蒸馏塔的所述冷凝器,并且使一部分所冷凝的顶部馏分流回流至所述第四蒸馏塔的顶部,并且其余的所冷凝的顶部馏分流作为丁醇产物获得。

49. 权利要求 40 所述的装置,其中所述第一蒸馏塔、所述第二蒸馏塔、所述第三蒸馏塔和所述第四蒸馏塔中的每一个包含填料或塔板。

50. 权利要求 40 所述的装置,其中所述第一蒸馏塔、所述第二蒸馏塔、所述第三蒸馏塔和所述第四蒸馏塔中的每一个包含塔板。

51. 权利要求 40 所述的装置,其中所述第一相分离器、所述第二相分离器和所述第三相分离器中的每一个是倾析器。

52. 权利要求 40 所述的装置,其中所述第一相分离器、所述第二相分离器和所述第三相分离器中的每一个是聚结分离器。

53. 权利要求 44 所述的装置,所述装置还包括甲醇回收系统,其中使其余的所述冷凝的顶部馏分流引导至所述甲醇回收系统。

改进的丁醇回收方法和装置

技术领域

[0001] 本发明涉及用于从包含水、甲醇、丙醇、丁醇以及任选的提供不适宜的颜色其他有机物种的混合物回收丁醇的改进方法和装置。更具体地,本发明涉及用于从包含水、甲醇、丙醇、丁醇和任选的提供不适宜的颜色其他有机化合物的混合物回收作为纯产物的丁醇(例如,约 95 至 100 重量%丁醇)的方法和装置。

背景技术

[0002] 在例如用于将乙炔转化为丁二醇的过程中,除了丁二醇之外还产生许多副产物。难以分离的这些副产物包括水、甲醇、丙醇、丁醇和提供不适宜的颜色多种有机物种。IHS, Inc. (321Inverness Drive South, Englewood, CO80112,美国)的 SRI 在其 Process Economics Report96B,题为“聚对苯二甲酸丁二醇酯(PBT)和丁二醇(Polybutylene Terephthalate(PBT)and Butanediol)”(见 http://chemical.ihs.com/PEP/public/reports/phase_95/rp096B/)中给出了其中将上述醇和其他有机物种在蒸馏塔中与水分离并保持在塔顶的方法。塔顶流将含有 3 至 70 重量%水和 30 至 97 重量%有机物。目前,将该塔顶产物作为废弃流处理;然而丁醇(浓度最高的有机物)作为提纯的产物将是具有价值的。

[0003] 加拿大专利号 1,706,165A 公开了一种用于通过非均相共沸精馏将叔丁醇从混合物中与水分离的方法。该处理系统包括精馏塔,并且该方法包括将混合物和环己烷按比例地加入至精馏塔。还包括与从塔的顶部回收的叔丁醇的相分离。

[0004] 美国专利号 5,625,109A 公开了其中将叔丁醇进料在液相中连续脱水的方法。在沸腾反应器中,将异丁烯、水、叔丁醇和异丁醇和/或仲丁醇的蒸气混合物移除并冷却,回收异丁烯并且将余下的产物混合物相分离为再循环至脱水的上部富有机物相和排放的下部水相。

[0005] 美国专利号 5,449,440A 公开了用于从含有甲醇、乙醇、正丙醇、异丁醇、水和其他高沸点和低沸点化合物的进料混合物形成三个分开的流的三蒸馏塔方法。所述要形成的流是甲醇或甲醇和乙醇的无水流,含有进料混合物中存在的大部分正丙醇的一个流和含有进料混合物中存在的大部分异丁醇的一个流。后一个流示例为包含约 62%异丁醇。

[0006] 法国专利号 2,383,688A1 公开了一种用于通过共沸蒸馏将乙酸、正丁醇、乙醇、丙醇或甲醇从混合物中与水分离的方法。

[0007] 用于将化合物如丁醇从混合物中与水分离的上述方法可以给工艺增添复杂性、工艺限制和/或成本。需要用于从包含水、甲醇、丙醇、丁醇和显示不适宜的颜色一定范围内的有机物种的混合物回收丁醇,尤其是以高纯度回收丁醇的简单经济的方法。

发明内容

[0008] 本发明提供用于从包含水、甲醇、丙醇、丁醇和任选的一定范围内的其他有机化合物,如显示或提供不适宜的颜色那些有机化合物的混合物以高纯度回收丁醇的简单经济

的方法和装置。该方法包括在下文中更具体地描述的三个至四个蒸馏塔以及在下文中更具体地描述的一至三个相分离器的特定布置。该方法的包括三个蒸馏塔和一个或两个相分离器的一个实施方案包括以下步骤：

[0009] a) 将在下文中更具体地描述的包含水、甲醇、丙醇、丁醇和其他有机化合物如具有或提供不适宜的颜色因子 (color factor) 的那些的混合物经由侧入口进料至保持在在下文中更具体地描述的受控的条件的第一蒸馏塔, 从而第一蒸馏塔的底部馏分流包含水, 并且第一蒸馏塔的顶部馏分流包含甲醇、丙醇、丁醇、余下的水 (共沸物) 和其他有机化合物,

[0010] b) 任选地将步骤 a) 的顶部馏分流进料至第一相分离器, 从而第一相分离器的底部流包含水, 并且第一相分离器的顶部流包含甲醇、丙醇、丁醇、余下的水 (共沸物) 和其他有机化合物,

[0011] c) 将步骤 a) 的顶部馏分流或步骤 b) 的顶部流经由侧入口进料至保持在在下文中更具体地描述的受控的条件第二蒸馏塔, 从而第二蒸馏塔的侧馏分流包含丙醇、丁醇、水 (共沸物) 和其他有机化合物, 第二蒸馏塔的顶部馏分流包含甲醇、丙醇、挥发性有机化合物和水, 并且第二蒸馏塔的底部馏分流包含丁醇和非挥发性有机化合物,

[0012] d) 将步骤 c) 的所述侧馏分流进料至第二相分离器, 从而产生顶部有机相流和底部水相流,

[0013] e) 将步骤 d) 的所述有机相流在用于第二蒸馏塔的侧馏分流的出口下面进料至第二蒸馏塔,

[0014] f) 将步骤 d) 的所述水相流和步骤 b) 的底部流进料至第一蒸馏塔 (任选地经由第一相分离器),

[0015] g) 将来自步骤 c) 的包含丁醇和非挥发性有机化合物的所述底部馏分流进料至保持在在下文中更具体地描述的受控的条件第三蒸馏塔, 从而第三蒸馏塔的底部馏分流包含丁醇和非挥发性有机化合物, 并且第三蒸馏塔的顶部馏分流包含 95 至约 100 重量% 丁醇, 以及

[0016] h) 从步骤 g) 的顶部馏分流回收所述丁醇。

[0017] 本发明的包括四个蒸馏塔和三个相分离器的一个实施方案包括以下步骤：

[0018] a) 将在下文中更具体地描述的包含水、甲醇、丙醇、丁醇和其他有机化合物, 如具有或提供不适宜的颜色因子的那些的混合物经由侧入口进料至保持在在下文中更具体地描述的受控的条件的第一蒸馏塔, 从而第一蒸馏塔的底部馏分流包含水, 并且第一蒸馏塔的顶部馏分流包含甲醇、丙醇、丁醇、余下的水 (共沸物) 和其他有机化合物,

[0019] b) 将步骤 a) 的顶部馏分流进料至第一相分离器, 从而产生底部水相流和顶部有机相流,

[0020] c) 将步骤 b) 的所述水相流进料至第一蒸馏塔,

[0021] d) 将步骤 b) 的所述有机相流经由侧入口进料至保持在在下文中更具体地描述的受控的条件第二蒸馏塔, 从而第二蒸馏塔的底部馏分流包含丙醇、丁醇、水 (共沸物) 和非挥发性有机化合物, 并且第二蒸馏塔的顶部馏分流包含甲醇和挥发性有机化合物,

[0022] e) 将步骤 d) 的底部馏分流进料至第二相分离器, 从而产生底部水相流和顶部有机相流,

[0023] f) 将步骤 e) 的所述水相流进料至第一蒸馏塔 (任选地经由第一相分离器),

[0024] g) 将步骤 e) 的所述有机相流经由侧入口进料至保持在在下文中更具体地描述的受控的条件的第三蒸馏塔,从而第三蒸馏塔的侧馏分流包含丙醇、丁醇、水(共沸物)和其他有机化合物,第三蒸馏塔的顶部馏分流包含甲醇、丙醇、挥发性有机化合物和水,并且第三蒸馏塔的底部馏分流包含丁醇和非挥发性有机化合物,

[0025] h) 将步骤 g) 的侧馏分流进料至第三相分离器,从而产生底部水相流和顶部有机相流,

[0026] i) 将步骤 h) 的顶部有机相流经由侧入口,任选地在低于取出侧馏分的点,进料至第三蒸馏塔,

[0027] j) 将步骤 h) 的底部水相流进料至第一蒸馏塔(任选地经由第一相分离器),

[0028] k) 将步骤 g) 的包含丁醇和非挥发性有机化合物的所述底部馏分流进料至保持在在下文中更具体地描述的受控的条件的第四蒸馏塔,从而第四蒸馏塔的底部馏分流包含丁醇和非挥发性有机化合物,并且第四蒸馏塔的顶部馏分流包含 95 至约 100 重量%丁醇,以及

[0029] l) 从步骤 k) 的顶部馏分流回收所述丁醇。

[0030] 本发明的包括三个蒸馏塔和一个或两个相分离器的装置的一个实施方案包括:

[0031] a) 第一蒸馏塔,所述第一蒸馏塔包括侧入口、顶部出口和底部出口,其中将包含水、甲醇、丙醇、丁醇和任选的其他有机化合物的混合物经由第一蒸馏塔的侧入口进料至第一蒸馏塔,将第一蒸馏塔的包含水的底部馏分流从第一蒸馏塔的底部出口取出,并且将第一蒸馏塔的包含甲醇、丙醇、丁醇、余下的水和其他有机化合物的顶部馏分流从第一蒸馏塔的顶部出口取出,

[0032] b) 第二蒸馏塔,所述第二蒸馏塔包括第一侧入口、顶部出口、底部出口、侧出口和在第二蒸馏塔的侧出口下面的第二入口,其中将第一蒸馏塔的顶部馏分流经由第二蒸馏塔的第一侧入口直接或间接进料至第二蒸馏塔,将第二蒸馏塔的包含丙醇、丁醇、水和其他有机化合物的侧馏分流从第二蒸馏塔经由第二蒸馏塔的侧出口取出,将第二蒸馏塔的包含甲醇、丙醇、挥发性有机化合物和水的顶部馏分流从第二蒸馏塔经由第二蒸馏塔的顶部出口取出,并且将第二蒸馏塔的包含丁醇和非挥发性有机化合物的底部馏分流从第二蒸馏塔经由第二蒸馏塔的底部出口取出,

[0033] c) 第二相分离器,将第二蒸馏塔的所述侧馏分流进料至所述第二相分离器,从而产生顶部有机相流和底部水相流,其中将第二相分离器的所述有机相流经由第二蒸馏塔的第二入口进料至第二蒸馏塔,并且将第二相分离器的所述水相流进料至第一蒸馏塔,

[0034] d) 第三蒸馏塔,所述第三蒸馏塔包括侧入口、顶部出口和底部出口,其中将第二相分离器的包含丁醇和非挥发性有机化合物的所述底部馏分流经由第三蒸馏塔的侧入口进料至第三蒸馏塔,将第三蒸馏塔的包含丁醇和非挥发性有机化合物的底部馏分流从第三蒸馏塔经由第三蒸馏塔的底部出口取出,并且将第三蒸馏塔的包含 95 至约 100 重量%丁醇的顶部馏分流从第三蒸馏塔经由第三蒸馏塔的顶部出口取出。

[0035] 上述装置可以还包括第一相分离器,将第一蒸馏塔的顶部馏分流进料至所述第一相分离器,从而第一相分离器的底部流包含水,并且第一相分离器的顶部流包含甲醇、丙醇、丁醇、余下的水和其他有机化合物,其中将第一相分离器的包含水的底部流进料至第一蒸馏塔,并且将第一相分离器的包含甲醇、丙醇、丁醇、余下的水和其他有机化合物的顶部

流经由第二蒸馏塔的侧入口进料至第二蒸馏塔。

[0036] 本发明的包括四个蒸馏塔和三个相分离器的装置的一个实施方案包括：

[0037] a) 第一蒸馏塔, 所述第一蒸馏塔包括侧入口、顶部出口和底部出口, 其中将包含水、甲醇、丙醇、丁醇和其他有机化合物的混合物经由第一蒸馏塔的侧入口进料至第一蒸馏塔, 将第一蒸馏塔的包含水的底部馏分流从第一蒸馏塔的底部出口取出, 并且将第一蒸馏塔的包含甲醇、丙醇、丁醇、余下的水和其他有机化合物的顶部馏分流从第一蒸馏塔的顶部出口取出,

[0038] b) 第一相分离器, 将第一蒸馏塔的顶部馏分流进料至所述第一相分离器, 从而产生底部水相流和顶部有机相流, 其中将第一相分离器的所述水相流进料至第一蒸馏塔,

[0039] c) 第二蒸馏塔, 所述第二蒸馏塔包括侧入口、顶部出口和底部出口, 其中将第一相分离器的所述有机相流经由第二蒸馏塔的侧入口进料至第二蒸馏塔, 其中将第二蒸馏塔的包含丙醇、丁醇、水和非挥发性有机化合物的底部馏分流从第二蒸馏塔经由第二蒸馏塔的底部出口取出, 并且将第二蒸馏塔的包含甲醇和挥发性有机化合物的顶部馏分流从第二蒸馏塔经由第二蒸馏塔的顶部出口取出,

[0040] d) 第二相分离器, 将第二蒸馏塔的底部馏分流进料至所述第二相分离器, 从而产生底部水相流和顶部有机相流, 其中将第二相分离器的所述水相流进料至第一蒸馏塔, 以及

[0041] e) 第三蒸馏塔, 所述第三蒸馏塔包括第一侧入口、顶部出口、底部出口、侧出口和在第三蒸馏塔的侧出口下面的第二入口, 其中将第二相分离器的所述有机相流经由第三蒸馏塔的侧入口进料至第三蒸馏塔, 其中将第三蒸馏塔的包含丁醇和非挥发性有机化合物的底部馏分流从第三蒸馏塔经由第三蒸馏塔的底部出口取出, 将第三蒸馏塔的包含丙醇、丁醇、水和挥发性有机化合物的顶部馏分流从第三蒸馏塔的顶部出口取出, 并且将第三蒸馏塔的包含丙醇、丁醇和水的侧馏分流从第三蒸馏塔经由第三蒸馏塔的侧出口取出,

[0042] f) 第三相分离器, 将第三蒸馏塔的侧馏分流进料至所述第三相分离器, 从而产生底部水相流和顶部有机相流, 其中将第三相分离器的顶部有机相流经由第二侧入口进料至第三蒸馏塔, 并且将第三相分离器的底部水相流进料至第一蒸馏塔, 以及

[0043] g) 第四蒸馏塔, 所述第四蒸馏塔包括侧入口、顶部出口和底部出口, 其中将第三相分离器的包含丁醇和非挥发性有机化合物的所述底部馏分流进料至第四蒸馏塔, 从而将第四蒸馏塔的包含丁醇和非挥发性有机化合物的底部馏分流从第四蒸馏塔经由第四蒸馏塔的底部出口取出, 并且将第四蒸馏塔的包含 95 至约 100 重量% 丁醇的顶部馏分流从第四蒸馏塔经由第四蒸馏塔的顶部出口作为丁醇产物取出。

附图说明

[0044] 图 1 显示包括三个蒸馏塔和两个相分离器的本发明方法的一个实施方案的图示流程。

[0045] 图 2 显示包括四个蒸馏塔和三个相分离器的本发明方法的另一个实施方案的图示流程。

具体实施方式

[0046] 作为考虑到上述而深入研究的结果,我们发现我们可以以高纯度从包含水、甲醇、丙醇、丁醇以及任选的其他有机化合物,如具有或提供不适宜的颜色因子的那些的混合物经济地并且有效地回收丁醇。该方法包括三个至四个蒸馏塔和一至三个相分离器的特定布置。本发明的方法的一个实施方案包括三个蒸馏塔和其中一个是任选的两个相分离器的特定布置,并且另一个实施方案包括四个蒸馏塔和三个相分离器的特定布置,以从难以分离的包含水、甲醇、丙醇、丁醇和任选的其他有机化合物的混合物中将高价值丁醇以高纯度分离并回收。

[0047] 如本文所使用的术语“高纯度”意指约 95 至 100 重量%,如至少约 96 重量%,如至少约 99 重量%,例如 99.5 重量%以上。如本文所使用的术语“丁醇”意指其全部同分异构体,例如正丁醇、仲丁醇和异丁醇。如本文所使用的术语“丙醇”意指其全部同分异构体,例如正丙醇和异丙醇。如本文所使用的术语“颜色因子”意指通过 ASTM D1209,用于澄清液体的颜色的标准测试方法(Standard Test Method for Color of Clear Liquids)确定的“铂-钴”颜色标度值。如本文所使用的术语“挥发性的”意指它所指代的所述一种或多种化合物的沸点低于 117°C。如本文所使用的术语“非挥发性的”意指它所指代的所述一种或多种化合物的沸点为 117°C 以上。

[0048] 用于在本发明中使用的蒸馏塔可以包含填料或塔板以提供质量传递,然而,其中存在两种液相的那些塔可以优选使用塔板以确保更好的液体混合。

[0049] 用于在本发明中使用的相分离器包括简单倾析器并且可以还包括聚结分离器。相分离器可以水平或者垂直定向的,并且必须设计具有足够的停留时间和横截面积以允许用于相分离发生的足够时间。聚结分离器可以有益地用于增强液滴的聚结以促进相分离。聚结分离器可以由丝绒(wire-wool)、波形板或其他用于这种器件的普通设计构成。

[0050] 要通过本发明的方法分离的进料混合物的一个实施方案包含约 50 至约 100%,例如 50 至 99.7%的水,约 0.1 至约 15%的甲醇,约 0.1 至约 5%的丙醇,以及约 0.1 至约 30%的丁醇。混合物的其他额外组分,如果有,将是少量的其他有机化合物,如具有或提供不适宜的颜色因子的那些。确定的是大于 15,例如大于 20 的颜色因子是不适宜的;并且小于 15 的颜色因子是适宜的。优选地,从本发明的方法回收的丁醇具有小于 15 的颜色因子。

[0051] 在本发明的方法中,将蒸馏塔保持在受控的条件下。关于第一蒸馏塔,这可以在 0.1 至 450 巴绝压(bara)的范围内,备选地在 0.2 至 3 巴绝压的范围内压力操作。第一蒸馏塔可以具有在 30 至 250°C 的范围内的顶部产物温度和/或在 40 至 270°C 的范围内的底部产物温度。在一个实施方案中,将第一蒸馏塔保持在 0.1 至 450 巴绝压的范围内压力,以及在 30 至 250°C 的范围内的顶部产物温度和 40 至 270°C 的范围内的底部产物温度。

[0052] 第二蒸馏塔可以在 0.1 至 35 巴绝压的范围内,备选地在 0.2 至 2 巴绝压的范围内压力操作。第二蒸馏塔可以具有在 30 至 250°C 的范围内的顶部产物温度和/或在 60 至 270°C 的范围内的底部产物温度。在一个实施方案中,将第二蒸馏塔保持在 0.1 至 35 巴绝压的范围内压力,以及在 30 至 250°C 的范围内的顶部产物温度并且在 60 至 270°C 的范围内的底部产物温度。这些条件可以,特别是,用于如本文描述的其中该方法包括三个蒸馏塔和一个或两个相分离器的第二蒸馏塔。

[0053] 在一个备选的实施方案中,第二蒸馏塔可以在压力在 0.2 至 50 巴绝压的范围内,备选地在 0.2 至 2 巴绝压的范围内压力下操作。第二蒸馏塔可以具有在 30 至 200°C

的范围内的顶部产物温度和 / 或在 55 至 270℃ 的范围内的底部产物温度。在一个实施方案中,将第二蒸馏塔保持在 0.2 至 50 巴绝压的范围内的压力,以及在 30 至 200℃ 的范围内的顶部产物温度并且在 55 至 270℃ 的范围内的底部产物温度。这些条件可以,特别是,用于如本文所描述的其中该方法包括四个蒸馏塔和三个相分离器的第二蒸馏塔。

[0054] 第三蒸馏塔可以在在 0.01 至 35 巴绝压的范围内,备选地在 0.1 至 35 巴绝压的范围内的,备选地在 0.1 至 2 巴绝压的范围内的压力操作。特别是,在本发明的方法包括三个蒸馏塔和一个或两个相分离器的情况下,可以将第三蒸馏塔保持在 0.01 至 35 巴绝压的范围内的压力。在一个实施方案中,特别是其中本发明的方法包括四个蒸馏塔和三个相分离器的情况下,可以将第三蒸馏塔保持在 0.1 至 35 巴绝压,备选地,0.1 至 2 巴绝压的范围内的压力。

[0055] 在存在的情况下,第四蒸馏塔可以在 0.02 至 35 巴绝压的范围内,在一个实施方案中,0.1 至 2 巴绝压的压力操作。

[0056] 在其中该方法包括三个蒸馏塔和一个或两个相分离器的一个实施方案中,第一蒸馏塔的受控的条件包括 0.1 至 450 巴绝压的压力,第二蒸馏塔的受控的条件包括 0.1 至 35 巴绝压的压力并且第三蒸馏塔的受控的条件包括 0.01 至 35 巴绝压的压力。

[0057] 在其中该方法包括四个蒸馏塔和三个相分离器的一个备选实施方案中,第一蒸馏塔的受控的条件包括 0.1 至 450 巴绝压的压力,第二蒸馏塔的受控的条件包括 0.2 至 50 巴绝压的压力,第三蒸馏塔的受控的条件包括 0.1 至 35 巴绝压的压力并且第四蒸馏塔的受控的条件包括 0.02 至 35 巴绝压的压力。

[0058] 在其中该方法包括四个蒸馏塔和三个相分离器的一个备选实施方案中,第一蒸馏塔的受控的条件包括 0.2 至 3 巴绝压的压力,第二蒸馏塔的受控的条件包括 0.2 至 2 巴绝压的压力,第三蒸馏塔的受控的条件包括 0.1 至 2 巴绝压的压力并且第四蒸馏塔的受控的条件包括 0.1 至 2 巴绝压的压力。

[0059] 在本发明的包括三个蒸馏塔和一个或两个相分离器的方法中,步骤 c) 的侧馏分流取出位置可以低于步骤 c) 的进料位置。在这种情况下,可以将侧馏分流保持在低于 100℃ 的温度。

[0060] 在本发明的包括四个蒸馏塔和三个相分离器的方法中,在第三蒸馏塔上,步骤 g) 的侧馏分流取出位置可以低于步骤 g) 的进料位置。在这种情况下,可以将侧馏分流保持在低于 100℃ 的温度。

[0061] 更具体地参考附图,其中将条件作为非限制性实例给出,图 1 给出本发明的具有三个蒸馏塔和两个相分离器的特定布置的一个实施方案。在该实施方案中,包含例如 6% 甲醇、1% 丙醇、4% 丁醇、89% 水和痕量的提供不适宜的颜色因子的其他有机化合物的原料经由流 1 进入蒸馏塔 100。将塔 100 保持在 0.1 至 450 巴绝压的压力,具有 30 至 250℃ 的顶部产物温度和 40 至 270℃ 的底部产物温度。将流 5 进料再沸器 80,流 6 作为蒸气流从其返回至塔 100,并且将主要包含水的流 7 从塔 100 的底部取出。将包含甲醇、丙醇、丁醇、余下的水(共沸物)和其他有机化合物的流 2 在冷凝器 65 中冷凝并从顶部作为流 3 取出。将具有超过 15 的颜色因子的流 3 进料至保持在 20 至 100℃ 的温度和 0.1 至 450 巴绝压的压力的相分离器 130。使来自相分离器 130 的水性流 4 作为回流返回至蒸馏塔 100。将来自相分离器 130 的有机流 8 进料至保持在 0.1 至 35 巴绝压的压力的蒸馏塔 110,该蒸馏塔具

有 30 至 250℃ 的顶部产物温度和 60 至 270℃ 的底部产物温度。如果需要,可以将流 3 直接回流至塔 100 用于控制目的。

[0062] 由丁醇-水共沸混合物的支配性存在导致两相混合物在塔 110 中的进料点下面形成。将低于 100℃ 并且主要包含丙醇、丁醇和水的来自塔 110 的侧取流 12 进料至相分离器 140,以从系统经由例如与流 4 一起再循环至塔 100 的水性流 14 移除更多的水。将来自分离器 140 的有机流 13(现在在水浓度上显著降低)在用于流 12 的侧取下面再循环至塔 110。将塔 110 中残留的水与余下的丙醇以及甲醇一起作为流 9 从塔顶共蒸发。将该流在冷凝器 70 中冷凝;一部分作为流 11 回流并且将余量从塔 110 的顶部经由流 10 移除。任何残留的水将与丁醇形成共沸物,并且将从塔 110 经由流 10 移除,但这是丁醇的非常低的损失。将流 15 进料至再沸器 85,使蒸气从其经由流 16 返回至塔,而将耗尽水的余下的丁醇从塔 110 底部与其他非挥发性有机化合物一起经由流 17 移除。将具有高于 15 的颜色因子的流 17 进料至在 0.01 至 35 巴绝压操作的塔 120,以从顶部经由流 18 蒸馏具有改善的颜色因子,例如低于 15 的澄清的、提纯的丁醇。将该流在冷凝器 75 中冷凝,并且一部分经由流 20 回流,且将余量经由流 19 移除。将流 21 进料至再沸器 90,使蒸气从其经由流 23 返回至塔,而将具有高于 30 的颜色因子并且包含非挥发性有机化合物的余下的残留物从塔的底部经由流 22 移除。

[0063] 图 2 给出本发明的具有四个蒸馏塔和三个相分离器的特定布置的另一个实施方案。在该实施方案中,包括例如 6% 甲醇、1% 丙醇、4% 丁醇、89% 水和提供不适宜的颜色因子的痕量的其他有机化合物的原料经由流 24 进入蒸馏塔 200。将塔 200(具有与图 1 中的塔 100 的功能相似的功能)保持在 0.1 至 450 巴绝压的压力。将底部产物流 29 进料至再沸器 280,使蒸气从其经由流 30 返回至塔 200。将主要包含水的余下的液体从塔的底部经由流 31 移除。将包含甲醇、丙醇、丁醇、余下的水(共沸物)和其他有机化合物的流 25 从塔 200 的顶部取出,在冷凝器 265 中冷凝以成为液体流 26,并且任选地进料至分离器 240。将水性底部流 28 从分离器 240 任选地作为回流再循环至塔 200。将包含甲醇、丙醇、丁醇、余下的水(共沸物)和其他有机化合物的顶部流 32 进料至蒸馏塔 210,将其保持在 0.2 至 50 巴绝压的压力,具有 30 至 200℃ 的顶部产物温度和 55 至 270℃ 的底部产物温度。如果需要,可以任选地将塔 200 冷凝的顶部产物经由流 27 直接回流至塔而不是相分离。

[0064] 将来自塔 210 的主要包含甲醇和其他挥发性有机化合物的顶部流 33 在冷凝器 270 中冷凝,并且一部分经由流 35 回流,并有将余下部分经由流 34 取出。可以将流 34 引导至甲醇回收系统(未给出)。将来自塔 210 的底部产物流 36 进料至塔再沸器 285,使蒸气 37 从其返回至塔,并且将包含丁醇、丙醇、任何余下的水(共沸物)和非挥发性有机化合物的底部产物流 38 任选地进料至分离器 250,产生再循环至塔 200(任选地作为回流)的水性底部流 40,以及经由侧入口进料至塔 220 的顶部流 39。

[0065] 将塔 220 保持在 0.1 至 35 巴绝压的压力。将来自塔 220 的侧取流 44 进料至相分离器 260,以从系统经由再循环至塔 200 的水性流 46(任选地作为回流)移除额外的水。将来自分离器 260 的有机流 45(现在没有水)再循环至塔 220,任选地在用于流 44 的侧取下面。残留的水与余下的丙醇形成共沸混合物,并且被从塔 220 的顶部经由流 41 蒸馏,在冷凝器 275 中冷凝并且一部分经由流 43 回流,并有余量作为顶部产物经由流 42 与任何余下的甲醇和其他挥发性有机化合物一起取出。将耗尽水的余下的丁醇和非挥发性有机化合物

作为塔 220 底部产物经由流 47 移除至再沸器 290,其中蒸气经由流 48 返回至塔并且将余量从塔作为流 49 取出。流 49 具有大于 15 的颜色因子。将流 49 进料至保持在 0.02 至 35 巴绝压的压力的蒸馏塔 230。将底部产物流 53 进料至塔再沸器 295,使蒸气经由流 54 返回至塔 230,并且将包含丁醇和非挥发性有机化合物并且具有大于 15 的颜色因子的排放作为流 55 取出。将具有低于 15 的颜色因子的包含纯丁醇的顶部流 50 在冷凝器 300 中冷凝,一部分经由流 52 回流,并且将余量从塔 230 作为顶部产物经由流 51 取出。

[0066] 以下实施例示例本发明及其应用性能。本发明可以是其他和不同的实施方案,并且其多个细节可以在多个明显的方面修改,而不脱离本发明的范围和精神。因此,实施例在性质上应被认为是示例性的并且不是限制性的。所有百分数以重量计。

[0067] 实施例

[0068] 实施例 1

[0069] 该实验示例包括三个蒸馏塔和两个相分离器的本发明方法的实施方案,即评价图 1 的蒸馏塔 110 的顶部、侧部和底部流,以及塔 120 的顶部和底部流。将包含 33%水、32%甲醇、2%丙醇和 33%丁醇的原料进料至保持在大气压的蒸馏塔如塔 110 的侧入口。对应于图 1 的流 10 的顶部流包含 4%水、96%甲醇、0%丙醇、0%丁醇,具有 65℃的温度和大于 30 的颜色因子。对应于图 1 的流 12 的侧流包含 91.5%水、0.8%甲醇、0.9%丙醇和 6.8%丁醇并且具有约 92℃的温度。对应于图 1 的流 17 的底部流包含 0.05%水、0.00%甲醇、0.01%丙醇、99.94%丁醇并且具有约 117℃的温度和大于 30 的颜色因子。

[0070] 收集底部产物流,然后进料至保持在大气压的蒸馏塔如塔 120 的侧入口。对应于图 1 的流 19 的来自该塔的顶部流包含 0.016%水、0%甲醇、0.008%丙醇、99.98%丁醇并且具有约 117℃的温度和小于 15 的颜色因子。对应于图 1 的流 22 的底部流包含 0%水、0%甲醇、0%丙醇、72%丁醇并且具有约 120℃的温度和大于 30 的颜色因子。

[0071] 实施例 2

[0072] 该实验示例包括第二蒸馏塔如图 2 的塔 210 的本发明方法的实施方案。将包含 36%水、10%甲醇、7%丙醇和 47%丁醇的原料进料至保持在大气压的蒸馏塔如塔 210 的侧入口。对应于图 2 的流 34 的顶部流包含 6.4%水、85.5%甲醇、6.5%丙醇和 1.6%丁醇并且具有约 66℃的温度。对应于图 2 的流 36 的底部流包含 41.8%水、0.5%甲醇、4.9%丙醇和 51.0%丁醇并且具有约 92℃的温度。可以将该底部流的有机部分,即在图 2 的相分离器如分离器 250 中处理之后,进一步使用图 2 的蒸馏塔 220 和 230 或图 1 的蒸馏塔 110 和 120 处理。在需要甲醇的回收的情况下使用图 2 的构造将是适宜的;否则图 1 构造是合适的。

[0073] 本文引用的所有专利、专利申请、测试程序、优先权文件、文章、出版物、手册和其他文献通过引用完全地结合至这些公开不与本发明冲突的程度并且用于其中允许这种结合的所有管辖。

[0074] 当在本文给出数值下限和数值上限时,预期从任何下限至任何上限的范围。

[0075] 虽然具体地描述了本发明的示例实施方案,将明白的是多种其他修改将是显见的并且可以由本领域技术人员容易地做出而不脱离本发明的精神和范围。因此,不希望的是将其权利要求的范围限定至本文给出的实施例和详述,而是应将权利要求解释为包含在本发明中存在的可授予专利权的所有新的特征,包括由本发明所属领域的技术人员将作为其等价物对待的所有特征。

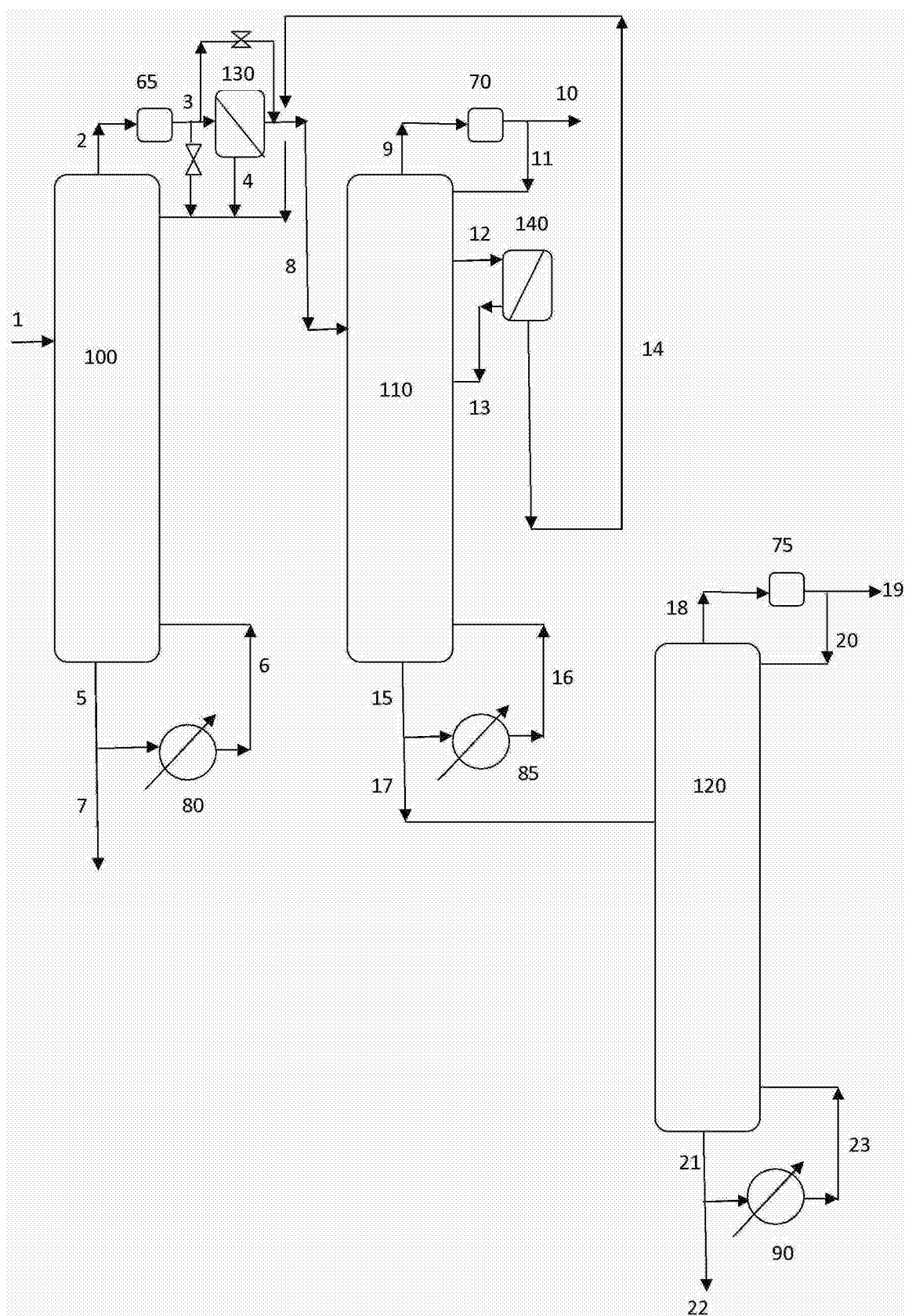


图 1

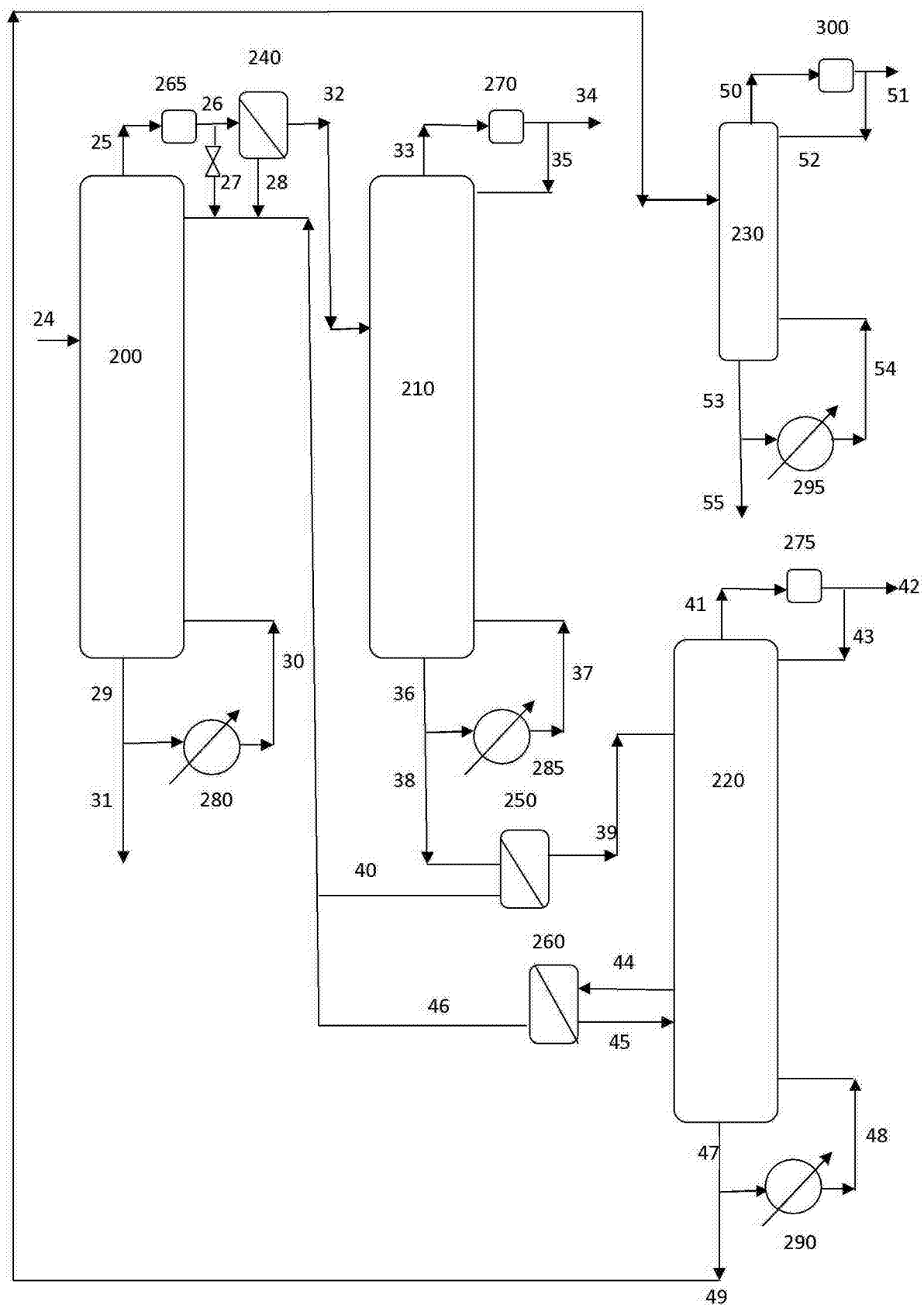


图 2