



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102491905 A

(43) 申请公布日 2012. 06. 13

(21) 申请号 201110367962. 7

(22) 申请日 2011. 11. 18

(71) 申请人 江苏科圣化工装备工程有限公司

地址 211000 江苏省南京市江宁经济技术开
发区东善桥

(72) 发明人 王武谦 吴金华 穆世彬

(74) 专利代理机构 淮安市科翔专利商标事务所
32110

代理人 韩晓斌

(51) Int. Cl.

C07C 211/51 (2006. 01)

C07C 209/36 (2006. 01)

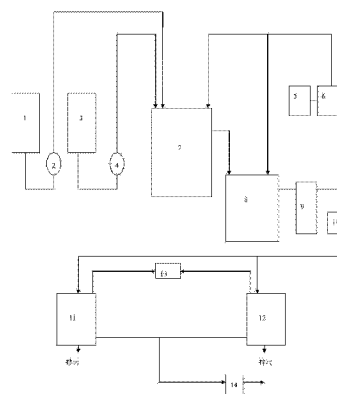
权利要求书 2 页 说明书 10 页 附图 5 页

(54) 发明名称

联产邻苯二胺和对苯二胺的方法及装置

(57) 摘要

本发明公开了一种联产邻苯二胺和对苯二胺的方法及装置,以氯苯硝化后得到的混合硝基氯苯为原料,将混合硝基氯苯通过氨解反应得到混合硝基苯胺,混合硝基苯胺再加氢还原生成混合苯二胺,混合苯二胺再通过精馏分离得到邻苯二胺和对苯二胺。该方法及装置生产效率高,操作简单,工艺参数稳定,解决硝基物精馏分离中存在的安全隐患。



1. 联产邻苯二胺和对苯二胺的方法,其特征在于:该联产方法以氯苯硝化后得到的混合硝基氯苯为原料,将混合硝基氯苯通过氨解反应得到混合硝基苯胺,混合硝基苯胺再加氢还原生成混合苯二胺,混合苯二胺再通过精馏分离得到邻苯二胺和对苯二胺;其中,混合硝基苯胺的生产反应在串联的一级和二级氨解反应釜中进行,包括以下步骤:首先,在一级和二级氨解反应釜中分别加入相当于反应釜体积 50-70% 的水,在搅拌状态下同时向一级和二级氨解反应釜连续通入氨气;其次,当一级和二级氨解反应釜中达到一定的温度和压力后,向一级氨解反应釜中连续加入水和混合硝基氯苯,继续保持一级和二级氨解反应釜在上述温度和压力下,同时由一级氨解反应釜向二级氨解反应釜出料且由二级氨解反应釜连续出料;然后,二级氨解反应釜出来的反应液经过换热器冷却,去汽水分离器回收反应液中过量的氨气;最后,回收氨气后的反应液进行精制得到混合硝基苯胺;其中,混合苯二胺的生产反应在串联的一级和二级加氢反应釜中进行,包括以下步骤:首先,在一级和二级加氢反应釜中分别加入相当于反应釜体积 50-70% 的甲醇,在搅拌状态下同时向一级和二级加氢反应釜连续通入氢气;其次,当一级和二级加氢反应釜中达到一定的温度和压力后,向一级加氢反应釜中连续加入甲醇和混合硝基苯胺,继续保持一级和二级加氢反应釜在上述温度和压力下,同时由一级加氢反应釜向二级加氢反应釜出料且由二级加氢反应釜连续出料;然后,二级加氢反应釜出来的反应液经过换热器冷却,得到含有甲醇和水的混合苯二胺溶液;其中,混合苯二胺的精馏分离是:含有甲醇和水的混合苯二胺溶液通过精馏回收甲醇、脱除水,进一步精馏得到邻苯二胺和对苯二胺。

2. 根据权利要求 1 所述的联产邻苯二胺和对苯二胺的方法,其特征在于:其中,向一级氨解反应釜连续加入水和混合硝基氯苯过程中,混合硝基氯苯与水进料的体积比为 0.2-1:1;其中,向一级氨解反应釜中连续加入水的速度是以水通过一级氨解反应釜的停留时间在 3.6-15.5 小时计;其中,氨解反应釜中反应温度控制在 100-160℃;其中,氨解反应釜中通入氨气的速度是以保证一级和二级氨解反应釜的反应压力控制在 3.0-5.0MPa 计。

3. 根据权利要求 1 所述的联产邻苯二胺和对苯二胺的方法,其特征在于:其中,向一级加氢反应釜连续加入甲醇和混合硝基苯胺过程中,硝基苯胺混合物与甲醇进料的体积比为 1.7-12:1;其中,向一级加氢反应釜中连续加入水的速度是以甲醇通过一级加氢反应釜的停留时间在 3.6-15.5 小时计;其中,加氢反应釜中反应温度控制在 90-120℃;其中,加氢反应釜中通入氢气的速度是以保证一级和二级加氢反应釜的反应压力控制在 1.3-2.5MPa 计;其中,加氢反应釜中反应催化剂为骨架镍。

4. 联产邻苯二胺和对苯二胺的装置,其特征在于:联产装置包括氨解反应系统和加氢还原反应系统;其中,氨解反应系统包括混合硝基氯苯储槽(1)、水储槽(3)、氨气储罐(5)、一级氨解反应釜(7)、二级氨解反应釜(8)、出料液位控制罐(9)、反应液冷却器(10)、汽水分离器(11、12)、氨气回收器(13)、过滤器(14),一级氨解反应釜(7)串联二级氨解反应釜(8)、在一级氨解反应釜(7)上分别通过管道经计量泵(2、4)连接混合硝基氯苯储槽(1)和水储槽(3),一、二级氨解反应釜(7、8)上设氨气进口,氨气储罐(5)通过管道连接氨气压缩机(6)与一、二级氨解反应釜(7、8),二级氨解反应釜的出料口经管道连通出料液位控制罐(9),出料液位控制罐(9)通过管道连通氨解反应液冷却器(10),氨解反应液冷却器(10)连通两只汽水分离器(11、12),汽水分离器的出料口经管道连通过滤器(14),汽水分离器

(11、12)的上部通过管道连接氨气回收器(13);其中,加氢反应系统包括混合硝基苯胺储槽(41)、甲醇储槽(43)、氢气储罐(45)、一级加氢反应釜(47)、二级加氢反应釜(48)、出料液位控制罐(49)、加氢反应液冷却器(50)、催化剂沉降回收器(51、52)、甲醇回收器(53)、脱水器(54)、精馏塔(55),一级加氢反应釜(47)串联二级加氢反应釜(48),在一级加氢反应釜(47)上分别通过管道经计量泵(42、44)连接混合硝基苯胺储槽(41)和甲醇储槽(43),一、二级加氢反应釜(47)、(48)上设氢气进口,氢气储罐(45)通过管道连接氢气压缩机(46)与一、二级加氢反应釜(47、48),二级加氢反应釜的出料口经管道连通出料液位控制罐(49),出料液位控制罐(49)通过管道连通两只催化剂回收器(51、52),催化剂沉降回收器的出料口经管道连通甲醇回收器(53),甲醇回收器(53)通过管道连通脱水器(54),脱水器(54)通过管道连通精馏塔(55),甲醇回收器(53)出来的混合苯二胺的水溶液在脱水器(54)脱水,脱水后混合苯二胺去精馏塔(55)经精馏分离得邻苯二胺和对苯二胺。

5. 根据权利要求4所述的联产邻苯二胺和对苯二胺的装置,其特征在于:其中,一、二级氨解反应釜由下封头(16)、上封头(22)和直筒(19)组成,在直筒(19)的上下分别焊接上封头(22)、下封头(16)构成反应釜,在下封头(16)的底部设放净口(15),在直筒(19)内安装导流筒(18),导流筒(18)和直筒(19)之间的环隙安装换热盘管(20),在直筒(19)的筒壁上设冷却水进口(21)、冷却水出口(26)和出料口(27),在上封头(22)上设混合硝基氯苯进料口(23)、水进口(31)、氨气进口(25)、温度计口(33)、压力表口(34)和备用口(35),在上封头(22)的顶部通过法兰(24)安装搅拌桨(37),搅拌桨(37)的叶轮位于导流筒(18)内;其中,在上封头(22)上设人孔(30)、视镜口(29、32)和安全阀口(36);其中,在下封头(16)上设温度计口(17)。

6. 根据权利要求5所述的联产邻苯二胺和对苯二胺的装置,其特征在于:其中,导流筒(18)的截面积为 S_1 ,导流筒(18)和直筒(19)之间的环隙的有效截面积为 S_2 , S_2 为 S_1 的1-1.5倍;其中,导流筒(18)的上端比换热盘管(20)的最上层高出5-10cm,导流筒(18)的下端与换热盘管(20)的最下层对齐,导流筒(18)的下端不低于直筒(19)的下端面;其中,在导流筒(18)内的搅拌桨(37)的叶轮的直径为导流筒直径的30-70%;其中,搅拌桨(37)为自吸气式双吸涡轮搅拌桨。

7. 根据权利要求4所述的联产邻苯二胺和对苯二胺的装置,其特征在于:其中,在出料口(27)一侧的直筒(19)的内侧设有出料堰(28),出料堰(28)的上部密闭,出料堰(28)的下部与反应釜内部连通,出料堰(28)的下部到导流筒(18)下端的距离不小于导流筒高度的四分之一。

8. 根据权利要求4所述的联产邻苯二胺和对苯二胺的装置,其特征在于:其中,汽水分离器由上部直筒和下部锥体构成,在直筒的下端侧面设有出料口(38),出料口(38)在满足设备加工条件的前提下尽量靠近直筒的下部,汽水分离器的锥体的锥角小于(90)度,在锥体的底部设排污口(39);其中,在直筒侧面上部设汽液进口(40),进口(40)从直筒的沿切线方向进入汽水分离器;其中,氨解反应液从汽水分离器的侧面上部沿切线方向进入汽水分离器。

9. 根据权利要求4所述的联产邻苯二胺和对苯二胺的装置,其特征在于:其中,出料液位控制罐(9、49)上安装双法兰差压液位计。

联产邻苯二胺和对苯二胺的方法及装置

技术领域

[0001] 本发明涉及化工工艺及化工装置领域,特别是涉及一种联产邻苯二胺和对苯二胺的方法及装置。

背景技术

[0002] 邻苯二胺和对苯二胺是重要的化工中间体,可用于生产染料、农药、医药。目前国内生产邻苯二胺主要工艺方法是由邻硝基氯苯氨解生成邻硝基苯胺,邻硝基苯胺再用硫化碱还原成邻苯二胺。生产对苯二胺主要工艺方法是由对硝基氯苯氨解生成对硝基苯胺,对硝基苯胺再用硫化碱还原成对苯二胺。邻硝基氯苯和对硝基氯苯则由硝基氯苯的混合物通过精馏分离得到。硝基氯苯由氯苯硝化得到,氯苯硝化过程中除了生成一硝基氯苯外还生成少量的二硝基氯苯,混合硝基氯苯精馏过程中如果塔釜中二硝基氯苯含量控制不准,精馏过程中则具有安全隐患。国内氨解反应普遍采用釜式间歇法生产,将对硝基氯苯或邻硝基氯苯、氨水按一定的比例投入高压氨解釜中,在一定的温度与压力下进行反应,得到对硝基苯胺或邻硝基苯胺。该法的缺点是:一是反应压力高,设备的制造要求高,配料和出料的时间长,生产效率低;二是氨水的浓度配制要求高,由于间歇生产,投料时氨水含量需要大大过量,否则随着反应的进行,氨水浓度逐渐降低,影响反应速度;三是为了保证反应速度,需要逐步提高反应温度与压力,以保证足够的反应速度;四是生产过程中工艺参数需要随着生产的进程进行调整,操作难度较大,容易出现操作失误。

发明内容

[0003] 本发明的目的在于:提供一种联产邻苯二胺和对苯二胺的方法及装置,将混合硝基物的精馏分离改为混合二胺的精馏分离,解决传统工艺中硝基物精馏分离存在的安全隐患问题,生产效率高,操作简单,工艺参数稳定。

[0004] 本发明的技术解决方案是:该联产方法以氯苯硝化后得到的混合硝基氯苯为原料,将混合硝基氯苯通过氨解反应得到混合硝基苯胺,混合硝基苯胺再加氢还原生成混合苯二胺,混合苯二胺再通过精馏分离得到邻苯二胺和对苯二胺;其中,混合硝基苯胺的生产反应在串联的一级和二级氨解反应釜中进行,包括以下步骤:首先,在一级和二级氨解反应釜中分别加入相当于反应釜体积 50-70% 的水,在搅拌状态下同时向一级和二级氨解反应釜连续通入氨气;其次,当一级和二级氨解反应釜中达到一定的温度和压力后,向一级氨解反应釜中连续加入水和混合硝基氯苯,继续保持一级和二级氨解反应釜在上述温度和压力下,同时由一级氨解反应釜向二级氨解反应釜出料且由二级氨解反应釜连续出料;然后,二级氨解反应釜出来的反应液经过换热器冷却,去汽水分离器回收反应液中过量的氨气;最后,回收氨气后的反应液进行精制得到混合硝基苯胺;其中,混合苯二胺的生产反应在串联的一级和二级加氢反应釜中进行,包括以下步骤:首先,在一级和二级加氢反应釜中分别加入相当于反应釜体积 50-70% 的甲醇,在搅拌状态下同时向一级和二级加氢反应釜连续通入氨气;其次,当一级和二级加氢反应釜中达到一定的温度和压力后,向一级加氢反应釜中

连续加入甲醇和混合硝基苯胺,继续保持一级和二级加氢反应釜在上述温度和压力下,同时由一级加氢反应釜向二级加氢反应釜出料且由二级加氢反应釜连续出料;然后,二级加氢反应釜出来的反应液经过换热器冷却,得到含有甲醇和水的混合苯二胺溶液;其中,混合苯二胺的精馏分离是:含有甲醇和水的混合苯二胺溶液通过精馏回收甲醇、脱除水,进一步精馏得到邻苯二胺和对苯二胺。

[0005] 其中,向一级氨解反应釜连续加入水和混合硝基氯苯过程中,混合硝基氯苯与水进料的体积比为 0.2-1:1。

[0006] 其中,向一级氨解反应釜中连续加入水的速度是以水通过一级氨解反应釜的停留时间在 3.6-15.5 小时计。

[0007] 其中,氨解反应釜中反应温度控制在 100-160℃。

[0008] 其中,氨解反应釜中通入氨气的速度是以保证一级和二级氨解反应釜的反应压力控制在 3.0-5.0MPa 计。

[0009] 其中,向一级加氢反应釜连续加入水和混合硝基苯胺过程中,硝基苯胺混合物与甲醇进料的体积比为 1.7-12:1。

[0010] 其中,向一级加氢反应釜中连续加入甲醇的速度是以甲醇通过一级加氢反应釜的停留时间在 3.6-15.5 小时计。

[0011] 其中,加氢反应釜中反应温度控制在 90-120℃。

[0012] 其中,加氢反应釜中通入氢气的速度是以保证一级和二级加氢反应釜的反应压力控制在 1.3-2.5MPa 计。

[0013] 其中,加氢反应釜中反应催化剂为骨架镍。

[0014] 其中,本发明的联产装置包括氨解反应系统和加氢还原反应系统;其中,氨解反应系统包括混合硝基氯苯储槽、水储槽、一级氨解反应釜、二级氨解反应釜、出料液位控制罐、反应液冷却器、汽水分离器,一级氨解反应釜串联二级氨解反应釜,在一级氨解反应釜上分别通过管道经计量泵连接混合硝基氯苯储槽和水储槽,一、二级氨解反应釜上设氨气进口,二级氨解反应釜的出料口经管道连通出料液位控制罐,出料液位控制罐通过管道连通反应液冷却器,反应液冷却器通过管道连通两只汽水分离器,汽水分离器通过管道连通过滤器和氨气回收器;其中,加氢还原反应系统包括混合硝基苯胺储槽、甲醇储槽、一级加氢反应釜、二级加氢反应釜、出料液位控制罐、反应液冷却器,一级加氢反应釜串联二级加氢反应釜,在一级加氢反应釜上分别通过管道经计量泵连接混合硝基苯胺储槽和甲醇储槽,一级、二级加氢反应釜上设氢气进口,二级加氢反应釜的出料口经管道连通出料液位控制罐,出料液位控制罐通过管道连通反应液冷却器,反应液冷却器通过管道连通两只催化剂沉降回收器,从催化剂沉降回收器底部回收催化剂,含有甲醇和水的混合苯二胺溶液从催化剂回收器侧面去精馏系统回收甲醇、脱水、分离得到邻苯二胺和对苯二胺。

[0015] 其中,一、二级氨解反应釜由下封头、上封头和直筒组成,在直筒的上下分别焊接上封头、下封头构成反应釜,在下封头的底部设放净口,在直筒内安装导流筒,导流筒和直筒之间的环隙安装换热盘管,在直筒的筒壁上设冷却水(蒸汽)进口、冷却水(冷凝水)出口和出料口,在上封头上设混合硝基氯苯进料口、水进口、氨气进口、温度计口、压力表口,在上封头的顶部通过法兰安装搅拌桨,搅拌桨的叶轮位于导流筒内;其中,在上封头上设人孔、视镜口和安全阀口;

其中,在下封头上设温度计口;其中,导流筒的截面积为 S_1 ,导流筒和直筒之间的环隙的有效截面积为 S_2 , S_2 为 S_1 的 1-1.5 倍;其中,导流筒的上端比换热盘管的最上层高出 5-10cm,导流筒的下端与换热盘管的最下层对齐,导流筒的下端不低于直筒的下端面;其中,在导流筒内的搅拌桨的叶轮的直径为导流筒直径的 30-70%;其中,搅拌桨为自吸气式双吸涡轮搅拌桨;其中,在出料口一侧的直筒的内侧设有出料堰,出料堰的上部密闭,出料堰的下部与氨解反应釜内部连通,出料堰的下部到导流筒下端的距离不小于导流筒高度的四分之一;其中,出料液位控制罐上安装双法兰差压液位计测量控制出料液位控制罐的液位,从而间接控制二级氨解反应釜的液位;其中,汽水分离器由上部直筒和下部锥体构成,在直筒的下端侧面设有出料口,出料口在满足设备加工条件的前提下尽量靠近直筒的下部,汽水分离器的锥体的锥角小于 90 度,在锥体的底部设排污口;其中,反应液从汽水分离器的侧面上部沿切线方向进料。

[0016] 本发明具有以下优点:1、采用自吸气式双吸涡轮搅拌,增加氨气、混合硝基氯苯的接触机会,反应速度快;2、根据氨解反应的反应速度得到反应停留时间,由反应停留时间确定进料速度,由于反应停留时间可知,所以设备操作弹性大;3、液相连续釜式生产,节省间歇法生产的配料和压料时间,生产效率高,劳动强度小;4、生产过程中工艺参数稳定,易操作;5、出料液位控制罐上安装双法兰差压液位计测量控制出料液位控制罐的液位,从而间接控制二级氨解反应釜的液位;如果二级氨解反应釜出料时的液位在出料口的一半或出料口的下沿时,容易导致氨解反应釜内氨气进入后续系统,既造成浪费也存在安全隐患,为了保证出料时氨解反应釜中的液位在出料口之上需要对二级氨解反应釜进行液位控制;在二级氨解反应釜中,由于搅拌的作用还有大量的氨气通入氨解反应釜内液体,氨解反应釜的液位很难测定,出料液位控制罐与二级氨解反应釜相连,氨解反应釜中液位高于二级氨解反应釜与出料液位控制罐之间的连接管,这样,出料液位控制罐的液面相对稳定,易于测定;出料时,控制出料液位控制罐的液位在二级氨解反应釜与出料液位控制罐的连接管的上面,保证氨气不会进入后面的系统;6、本发明的氨解反应装置也适用于由邻硝基氯苯或对硝基氯苯的氨解反应生产邻硝基苯胺或对硝基苯胺的生产工艺。

附图说明

[0017] 图 1 为本发明的氨解反应生产工序方框示意图。

[0018] 图 2 为氨解反应釜的结构示意图。

[0019] 图 3 为图 2 的俯视图。

[0020] 图 4 为汽水分离器的结构示意图。

[0021] 图 5 为本发明的加氢反应生产工序方框示意图。

[0022] 图中:1 混合硝基氯苯储槽,2 计量泵,3 水储槽,4 计量泵,5 氨气储罐,6 氨气压缩机,7 一级氨解反应釜,8 二级氨解反应釜,9 出料液位控制罐,10 反应液冷却器,11 汽水分离器,12 汽水分离器,13 氨气回收器,14 过滤器,15 放净口,16 下封头,17 下封头温度计口,18 导流筒,19 换热盘管,20 直筒,21 冷却水进口,22 上封头,23 混合硝基氯苯进料口,24 法兰,25 氢气进口,26 冷却水出口,27 出料口,28 出料堰,29 视镜口,30 人孔,31 水进料口,32 视镜口,33 上封头温度计口,34 压力表口,35 备用口,36 安全阀口,37 搅拌器,38 汽水分离器出料口,39 排污口,40 汽液进口,41 混合苯二胺储槽,42 计量

泵,43 甲醇储槽,44 计量泵,45 氢气储罐,46 氢气压缩机,47 一级加氢反应釜,48 二级加氢反应釜,49 出料液位控制罐,50 反应液冷却器,51 催化剂沉降回收器,52 催化剂沉降回收器,53 甲醇回收器,54 脱水器 55 精馏塔。

具体实施方式

[0023] 下面结合具体的实施例进一步详细地描述本发明。应理解,这些实施例只是为了举例说明本发明,而非以任何方式限制本发明的范围。为了叙述简便,本发明的说明中略去了管道上常规的阀门、储槽上常规的管口、人孔、仪表接口、支座等附件,本行业的一般技术人员可根据需要进行设计,本行业的普通技术人员可以作出许多变型和改进,例如改变进料计量方式,对反应釜的管口进行调整,增加反应釜的数量,所有这些变型、调整、改进都应视为本发明的保护范围。

[0024] 本发明的联产装置包括氨解反应系统和加氢还原反应系统;如图 1-4 所示,其中,氨解反应系统包括混合硝基氯苯储槽 1、水储槽 3、氨气储罐 5、一级氨解反应釜 7、二级氨解反应釜 8、出料液位控制罐 9、反应液冷却器 10、汽水分离器 11、12、氨气回收器 13、过滤器 14,一级氨解反应釜 7 串联二级氨解反应釜 8、在一级氨解反应釜 7 上分别通过管道经计量泵 2、4 连接混合硝基氯苯储槽 1 和水储槽 3,一、二级氨解反应釜 7、8 上设氨气进口,氨气储罐 5 通过管道连接氨气压缩机 6 与一、二级氨解反应釜 7、8,二级氨解反应釜的出料口经管道连通出料液位控制罐 9,出料液位控制罐 9 通过管道连通氨解反应液冷却器 10,氨解反应液冷却器 10 连通两只汽水分离器 11、12,汽水分离器的出料口经管道连通过滤器 14,汽水分离器 11、12 的上部通过管道连接氨气回收器 13。

[0025] 如图 5 所示,加氢反应系统包括混合硝基苯胺储槽 41、甲醇储槽 43、氢气储罐 45、一级加氢反应釜 47、二级加氢反应釜 48、出料液位控制罐 49、加氢反应液冷却器 50、催化剂沉降回收器 51、52、甲醇回收器 53、脱水器 54、精馏塔 55,一级加氢反应釜 47 串联二级加氢反应釜 48,在一级加氢反应釜 47 上分别通过管道经计量泵 42、44 连接混合硝基苯胺储槽 41 和甲醇储槽 43,一、二级加氢反应釜 47、48 上设氢气进口,氢气储罐 45 通过管道连接氢气压缩机 46 与一、二级加氢反应釜 47、48,二级加氢反应釜的出料口经管道连通出料液位控制罐 49,出料液位控制罐 49 通过管道连通两只催化剂回收器 51、52,催化剂沉降回收器的出料口经管道连通甲醇回收器 53,甲醇回收器 53 通过管道连通脱水器 54,脱水器 54 通过管道连通精馏塔 55,甲醇回收器 53 出来的混合苯二胺的水溶液在脱水器 54 脱水,脱水后混合苯二胺去精馏塔 55 经精馏分离得邻苯二胺和对苯二胺。

[0026] 其中,一、二级氨解反应釜由下封头 16、上封头 22 和直筒 19 组成,在直筒 19 的上下分别焊接上封头 22、下封头 16 构成反应釜,在下封头 16 的底部设放净口 15,在直筒 19 内安装导流筒 18,导流筒 18 和直筒 19 之间的环隙安装换热盘管 20,在直筒 19 的筒壁上设冷却水进口 21、冷却水出口 26 和出料口 27,在上封头 22 上设混合硝基氯苯进料口 23、水进口 31、氨气进口 25、温度计口 33、压力表口 34 和备用口 35,在上封头 22 的顶部通过法兰 24 安装搅拌桨 37,搅拌桨 37 的叶轮位于导流筒 18 内;其中,在上封头 22 上设人孔 30、视镜口 29、32 和安全阀口 36;其中,在下封头 16 上设温度计口 17;其中,导流筒 18 的截面积为 S_1 ,导流筒 18 和直筒 19 之间的环隙的有效截面积为 S_2 , S_2 为 S_1 的 1-1.5 倍;其中,导流筒 18 的上端比换热盘管 20 的最上层高出 5-10cm,导流筒 18 的下端与换热盘管 20 的最

下层对齐,导流筒 18 的下端不低于直筒 19 的下端面;其中,在导流筒 18 内的搅拌桨 37 的叶轮的直径为导流筒直径的 30-70%;其中,搅拌桨 37 为自吸气式双吸涡轮搅拌桨;

其中,在出料口 27 一侧的直筒 19 的内侧设有出料堰 28,出料堰 28 的上部密闭,出料堰 28 的下部与反应釜内部连通,出料堰 28 的下部到导流筒 18 下端的距离不小于导流筒高度的四分之一;其中,汽水分离器由上部直筒和下部锥体构成,在直筒的下端侧面设有出料口 38,出料口 38 在满足设备加工条件的前提下尽量靠近直筒的下部,汽水分离器的锥体的锥角小于 90 度,在锥体的底部设排污口 39;其中,在直筒侧面上部设汽液进口 40,进口 40 从直筒的沿切线方向进入汽水分离器;其中,氨解反应液从汽水分离器的侧面上部沿切线方向进入汽水分离器;其中,出料液位控制罐 9、49 上安装双法兰差压液位计。

[0027] 实施例 1:依以下步骤联产邻苯二胺和对苯二胺:

(1)在一级氨解反应釜 7 和二级氨解反应釜 8 中,先分别加入相当于反应釜全容积 50% 的水;

(2)开启换热盘管的蒸汽,保持反应温度在 100℃;

(3)在搅拌状态下于 100℃时,向一级氨解反应釜 7 和二级氨解反应釜 8 内连续通入氨气;通入氨气的速度以保证一级氨解反应釜 7 和二级氨解反应釜 8 内的压力保持在 3MPa;

(4)当釜内压力达到 3MPa 时,向一级氨解反应釜 7 内连续加入水和混合硝基氯苯,加入水的速度以水通过一级氨解反应釜 7 的停留时间为 15.5 计,混合硝基氯苯与水进料的体积比为 0.2:1;

(5)在实施步骤(2)、(3)、(4)的同时,由一级氨解反应釜 7 的出料口向二级氨解反应釜 8 内出料,也同时由二级氨解反应釜 8 的出料口向反应液冷却器 10 出料,由反应液冷却器 10 向汽水分离器 11 出料,当汽水分离器 11 装满时,由二级氨解反应釜 8 的出料口向汽水分离器 12 出料;

(6)在实施步骤 5 的同时,打开反应液冷却器的冷却水,同时氨气由汽水分离器的顶部通入氨气回收器 13;

(7)通过过滤器 14 洗涤过滤掉反应液中的铵盐和水,得到混合硝基苯胺;混合硝基苯胺的含量为 99.9%,以混合硝基氯苯计的收率为 96.5%;

(8)在一级加氢反应釜 45 和二级加氢反应釜 48 中,先分别加入相当于反应釜全容积 50% 的甲醇,再加入相当于上述甲醇重量 1.5% 的催化剂骨架镍;

(9)开启加氢反应釜换热盘管的冷却水,保持反应温度在 90℃;

(10)在搅拌状态下于 90℃时,向一级加氢反应釜 45 和二级加氢反应釜 48 内连续通入氢气;通入氢气的速度以保证一级加氢反应釜 45 和二级加氢反应釜 48 内的压力保持在 1.3MPa;

(11)当釜内氢气压力达到 1.3MPa 时,向一级加氢反应釜 45 内连续加入甲醇和混合硝基苯胺,加入甲醇的速度以甲醇通过一级加氢反应釜 45 的停留时间为 15.5 计,甲醇与混合硝基苯胺进料的体积比为 1.7:1;

(12)在实施步骤(9)、(10)、(11)的同时,由一级加氢反应釜 45 的出料口向二级加氢反应釜 48 内出料,也同时由二级加氢反应釜 48 的出料口向催化剂沉降回收器 51 内出料,当催化剂沉降回收器 51 装满时,由二级加氢反应釜 48 的出料口向催化剂沉降回收器 52 出料;

(13) 催化剂沉降回收器内的物料沉降 4 小时后, 混合苯二胺由催化剂沉降回收器向甲醇回收器 53 出料, 催化剂沉降回收器沉降 5 批次后, 由催化剂沉降回收器的催化剂回收口回收催化剂, 二级加氢反应釜 48 向催化剂沉降回收器 51、52 的出料交替进行;

(14) 当一级加氢反应釜 45 或二级加氢 48 内反应速度减慢时, 向一级加氢反应釜 45 或二级加氢反应釜 48 内补加催化剂, 每次补加的催化剂量为催化剂初始投加量的 1-2%;

(15) 通过甲醇回收器 53 回收甲醇、脱水器 54 脱水、精馏塔 55 精馏得到邻苯二胺和对苯二胺, 邻苯二胺和对苯二胺质量含量 99.9%, 以混合硝基苯胺计的收率为 96.5%。

[0028] 实施例 2: 依以下步骤联产邻苯二胺和对苯二胺:

(1) 在一级氨解反应釜 7 和二级氨解反应釜 8 中, 先分别加入相当于反应釜全容积 60% 的水;

(2) 开启氨解反应釜换热盘管的蒸汽, 保持反应温度在 130℃;

(3) 在搅拌状态下于 130℃ 时, 向一级氨解反应釜 7 和二级氨解反应釜 8 内连续通入氨气; 通入氨气的速度以保证一级氨解反应釜 7 和二级氨解反应釜 8 内的压力保持在 4MPa;

(4) 当釜内压力达到 4MPa 时, 向一级氨解反应釜 7 内连续加入水和混合硝基氯苯, 加入水的速度以水通过一级氨解反应釜 7 的停留时间为 10 计, 混合硝基氯苯与水进料的体积比为 0.6:1;

(5) 在实施步骤(2)、(3)、(4)的同时, 由一级氨解反应釜 7 的出料口向二级氨解反应釜 8 内出料, 也同时由二级氨解反应釜 8 的出料口向反应液冷却器 10 出料, 由反应液冷却器向汽水分离器 11 出料, 当汽水分离器 11 装满时, 由二级氨解反应釜 8 的出料口向汽水分离器 12 出料;

(6) 在实施步骤 5 的同时, 打开反应液冷却器的冷却水, 同时氨气由汽水分离器的顶部通入氨气回收器 13;

(7) 通过过滤器 14 洗涤过滤掉反应液中的铵盐和水, 得到混合硝基苯胺; 混合硝基苯胺的含量为 99.9%, 以混合硝基氯苯计的收率为 98.5%;

(8) 在一级加氢反应釜 45 和二级加氢反应釜 48 中, 先分别加入相当于反应釜全容积 60% 的甲醇, 再加入相当于上述甲醇重量 1% 的催化剂骨架镍;

(9) 开启加氢反应釜换热盘管的冷却水, 保持反应温度在 100℃;

(10) 在搅拌状态下于 100℃ 时, 向一级加氢反应釜 45 和二级加氢反应釜 48 内连续通入氢气; 通入氢气的速度以保证一级加氢反应釜 45 和二级加氢反应釜 48 内的压力保持在 2.0MPa;

(11) 当加氢反应釜内氢气压力达到 2.0MPa 时, 向一级加氢反应釜 45 内连续加入甲醇和混合硝基苯胺, 加入甲醇的速度以甲醇通过一级加氢反应釜 45 的停留时间为 5 计, 甲醇与混合硝基苯胺进料的体积比为 2.0:1;

(12) 在实施步骤(9)、(10)、(11)的同时, 由一级加氢反应釜 45 的出料口向二级加氢反应釜 48 内出料, 也同时由二级加氢反应釜 48 的出料口向催化剂沉降回收器 51 内出料, 当催化剂沉降回收器 51 装满时, 由二级加氢反应釜 48 的出料口向催化剂沉降回收器 52 出料;

(13) 催化剂沉降回收器内的物料沉降 4 小时后, 混合苯二胺由催化剂沉降回收器向甲醇回收器 53 出料, 催化剂沉降回收器沉降 5 批次后, 由催化剂沉降回收器的催化剂回收口

回收催化剂,二级加氢反应釜 48 向催化剂沉降回收器 51、52 的出料交替进行;

(14)当一级加氢反应釜 45 或二级加氢 48 内反应速度减慢时,向一级加氢反应釜 45 或二级加氢反应釜 48 内补加催化剂,每次补加的催化剂量为催化剂初始投加量的 1-2%;

(15)通过甲醇回收器 53 回收甲醇、脱水器 54 脱水、精馏塔 55 精馏得到邻苯二胺和对苯二胺;邻苯二胺和对苯二胺质量含量 99.8%,以混合硝基苯胺计的收率为 95.8%。

[0029] 实施例 3:依以下步骤联产邻苯二胺和对苯二胺:

(1)在一级氨解反应釜 7 和二级氨解反应釜 8 中,先分别加入相当于反应釜全容积 70% 的水;

(2)开启氨解反应釜换热盘管的蒸汽,保持反应温度在 160℃;

(3)在搅拌状态下于 160℃时,向一级氨解反应釜 7 和二级氨解反应釜 8 内连续通入氨气;通入氨气的速度以保证一级氨解反应釜 7 和二级氨解反应釜 8 内的压力保持在 5MPa;

(4)当釜内压力达到 5MPa 时,向一级氨解反应釜 7 内连续加入水和混合硝基氯苯,加入水的速度以水通过一级氨解反应釜 7 的停留时间为 15.5 计,混合硝基氯苯与水进料的体积比为 1:1;

(5)在实施步骤(2)、(3)、(4)的同时,由一级氨解反应釜 7 的出料口向二级氨解反应釜 8 内出料,也同时由二级氨解反应釜 8 的出料口向反应液冷却器 10 出料,由反应液冷却器 10 向汽水分离器 11 出料,当汽水分离器 11 装满时,由二级氨解反应釜 8 的出料口向汽水分离器 12 出料;

(6)在实施步骤 5 的同时,打开反应液冷却器的冷却水,同时氨气由汽水分离器的顶部通入氨气回收器 13;

(7)通过过滤器 14 洗涤过滤掉反应液中的铵盐和水,得到混合硝基苯胺;混合硝基苯胺的含量为 99.8%,以混合硝基氯苯计的收率为 98.0%;

(8)在一级加氢反应釜 45 和二级加氢反应釜 48 中,先分别加入相当于反应釜全容积 70% 的甲醇,再加入相当于上述甲醇重量 0.5% 的催化剂骨架镍;

(9)开启加氢反应釜换热盘管的冷却水,保持反应温度在 120℃;

(10)在搅拌状态下于 120℃时,向一级加氢反应釜 45 和二级加氢反应釜 48 内连续通入氢气;通入氢气的速度以保证一级加氢反应釜 45 和二级加氢反应釜 48 内的压力保持在 2.0MPa;

(11)当加氢反应釜内氢气压力达到 2.0MPa 时,向一级加氢反应釜 45 内连续加入甲醇和混合硝基苯胺,加入甲醇的速度以甲醇通过一级加氢反应釜 45 的停留时间为 8 计,甲醇与混合硝基苯胺进料的体积比为 7.0:1;

(12)在实施步骤(9)、(10)、(11)的同时,由一级加氢反应釜 45 的出料口向二级加氢反应釜 48 内出料,也同时由二级加氢反应釜 48 的出料口向催化剂沉降回收器 51 内出料,当催化剂沉降回收器 51 装满时,由二级加氢反应釜 48 的出料口向催化剂沉降回收器 52 出料;

(13)催化剂沉降回收器内的物料沉降 4 小时后,混合苯二胺由催化剂沉降回收器向甲醇回收器 53 出料,催化剂沉降回收器沉降 5 批次后,由催化剂沉降回收器的催化剂回收口回收催化剂,二级加氢反应釜 48 向催化剂沉降回收器 51、52 的出料交替进行;

(14)当一级加氢反应釜 45 或二级加氢反应釜 48 内反应速度减慢时,向一级加氢反

反应釜 45 或二级加氢反应釜 48 内补加催化剂,每次补加的催化剂量为催化剂初始投加量的 1-2% ;

(15) 通过甲醇回收器 53 回收甲醇、脱水器 54 脱水、精馏塔 55 精馏得到邻苯二胺和对苯二胺 ;邻苯二胺和对苯二胺的含量 99.8%,以混合硝基苯胺计的收率为 96.0%。

[0030] 实施例 4 :依以下步骤联产邻苯二胺和对苯二胺 :

(1)在一级氨解反应釜 7 和二级氨解反应釜 8 中,先分别加入相当于反应釜全容积 60% 的水 ;

(2) 开启氨解反应釜换热盘管的蒸汽,保持反应温度在 150℃ ;

(3)在搅拌状态下于 150℃ 时,向一级氨解反应釜 7 和二级氨解反应釜 8 内连续通入氨气 ;通入氨气的速度以保证一级氨解反应釜 7 和二级氨解反应釜 8 内的压力保持在 5MPa ;

(4)当釜内压力达到 5MPa 时,向一级氨解反应釜 7 内连续加入水和混合硝基氯苯,加入水的速度以水通过一级氨解反应釜 7 的停留时间为 3.6 计,混合硝基氯苯与水进料的体积比为 0.3 :1 ;

(5) 在实施步骤(2)、(3)、(4)的同时,由一级氨解反应釜 7 的出料口向二级氨解反应釜 8 内出料,也同时由二级氨解反应釜 8 的出料口向反应液冷却器 10 出料,由反应液冷却器 10 向汽水分离器 11 出料,当汽水分离器 11 装满时,由二级氨解反应釜 8 的出料口向汽水分离器 12 出料 ;

(6) 在实施步骤 5 的同时,打开反应液冷却器的冷却水,同时氨气由汽水分离器的顶部通入氨气回收器 13 ;

(7) 通过过滤器 14 洗涤过滤掉反应液中的铵盐和水,得到混合硝基苯胺 ;混合硝基苯胺的含量为 99.9%,以混合硝基氯苯计的收率为 98.7% ;

(8) 在一级加氢反应釜 45 和二级加氢反应釜 48 中,先分别加入相当于反应釜全容积 70% 的甲醇,再加入相当于上述甲醇重量 1% 的骨架镍 ;

(9) 开启加氢反应釜换热盘管的冷却水,保持反应温度在 95℃ ;

(10) 在搅拌状态下于 95℃ 时,向一级加氢反应釜 45 和二级加氢反应釜 48 内连续通入氢气 ;通入氢气的速度以保证一级加氢反应釜 45 和二级加氢反应釜 48 内的压力保持在 1.5MPa ;

(11) 当加氢反应釜内氢气压力达到 1.5MPa 时,向一级加氢反应釜 45 内连续加入甲醇和混合硝基苯胺,加入甲醇的速度以甲醇通过一级加氢反应釜 45 的停留时间为 5 计, 甲醇与混合硝基苯胺进料的体积比为 3.0 :1 ;

(12) 在实施步骤(9)、(10)、(11)的同时,由一级加氢反应釜 45 的出料口向二级加氢反应釜 48 内出料,也同时由二级加氢反应釜 48 的出料口向催化剂沉降回收器 51 内出料,当催化剂沉降回收器 51 装满时,由二级加氢反应釜 48 的出料口向催化剂沉降回收器 52 出料 ;

(13) 催化剂沉降回收器内的物料沉降 4 小时后,混合苯二胺由催化剂沉降回收器向甲醇回收器 53 出料,催化剂沉降回收器沉降 5 批次后,由催化剂沉降回收器的催化剂回收口回收催化剂,二级加氢反应釜 48 向催化剂沉降回收器 51、52 的出料交替进行 ;

(14)当一级加氢反应釜 45 或二级加氢 48 内反应速度减慢时,向一级加氢反应釜 45 或二级加氢反应釜 48 内补加催化剂,每次补加的催化剂量为催化剂初始投加量的 1-2% ;

(15) 通过甲醇回收器 53 回收甲醇、脱水器 54 脱水、精馏塔 55 精馏得到邻苯二胺和对苯二胺；邻苯二胺和对苯二胺质量含量 99.9%，以混合硝基苯胺计的收率为 97.0%。

[0031] 实施例 5：依以下步骤联产邻苯二胺和对苯二胺：

(1) - (7) 同实施例 4；

(8) 在一级加氢反应釜 45 和二级加氢反应釜 48 中，先分别加入相当于反应釜全容积 70% 的甲醇，再加入相当于上述甲醇重量 1% 的催化剂骨架镍；

(9) 开启加氢反应釜换热盘管的冷却水，保持反应温度在 120℃；

(10) 在搅拌状态下于 95℃ 时，向一级加氢反应釜 45 和二级加氢反应釜 48 内连续通入氢气；通入氢气的速度以保证一级加氢反应釜 45 和二级加氢反应釜 48 内的压力保持在 2.5MPa；

(11) 当加氢反应釜内氢气压力达到 2.5MPa 时，向一级加氢反应釜 45 内连续加入甲醇和混合硝基苯胺，加入甲醇的速度以甲醇通过一级加氢反应釜 45 的停留时间为 3.6 计，甲醇与混合硝基苯胺进料的体积比为 3.0:1；

(12) 在实施步骤(9)、(10)、(11)的同时，由一级加氢反应釜 45 的出料口向二级加氢反应釜 48 内出料，也同时由二级加氢反应釜 48 的出料口向催化剂沉降回收器 51 内出料，当催化剂沉降回收器 51 装满时，由二级加氢反应釜 48 的出料口向催化剂沉降回收器 52 出料；

(13) 催化剂沉降回收器内的物料沉降 4 小时后，混合苯二胺由催化剂沉降回收器向甲醇回收器 53 出料，催化剂沉降回收器沉降 5 批次后，由催化剂沉降回收器的催化剂回收口回收催化剂，二级加氢反应釜 48 向催化剂沉降回收器 51、52 的出料交替进行；

(14) 当一级加氢反应釜 45 或二级加氢 48 内反应速度减慢时，向一级加氢反应釜 45 或二级加氢反应釜 48 内补加催化剂，每次补加的催化剂量为催化剂初始投加量的 1-2%；

(15) 通过甲醇回收器 53 回收甲醇、脱水器 54 脱水、精馏塔 55 精馏得到邻苯二胺和对苯二胺；邻苯二胺和对苯二胺质量含量 99.9%，以混合硝基苯胺计的收率为 95.0%。

[0032] 实施例 6：依以下步骤联产邻苯二胺和对苯二胺：

(1) - (7) 同实施例 4；

(8) 在一级加氢反应釜 45 和二级加氢反应釜 48 中，先分别加入相当于反应釜全容积 70% 的甲醇，再加入相当于上述甲醇重量 1% 的催化剂骨架镍；

(9) 开启加氢反应釜换热盘管的冷却水，保持反应温度在 120℃；

(10) 在搅拌状态下于 95℃ 时，向一级加氢反应釜 45 和二级加氢反应釜 48 内连续通入氢气；通入氢气的速度以保证一级加氢反应釜 45 和二级加氢反应釜 48 内的压力保持在 2.5MPa；

(11) 当加氢反应釜内氢气压力达到 2.5MPa 时，向一级加氢反应釜 45 内连续加入甲醇和混合硝基苯胺，加入甲醇的速度以甲醇通过一级加氢反应釜 45 的停留时间为 3.6 计，甲醇与混合硝基苯胺进料的体积比为 12:1；

(12) 在实施步骤(9)、(10)、(11)的同时，由一级加氢反应釜 45 的出料口向二级加氢反应釜 48 内出料，也同时由二级加氢反应釜 48 的出料口向催化剂沉降回收器 51 内出料，当催化剂沉降回收器 51 装满时，由二级加氢反应釜 48 的出料口向催化剂沉降回收器 52 出料；

(13) 催化剂沉降回收器内的物料沉降 4 小时后,混合苯二胺由催化剂沉降回收器向甲醇回收器 53 出料,催化剂沉降回收器沉降 5 批次后,由催化剂沉降回收器的催化剂回收口回收催化剂,二级加氢反应釜 48 向催化剂沉降回收器 51、52 的出料交替进行;

(14) 当一级加氢反应釜 45 或二级加氢 48 内反应速度减慢时,向一级加氢反应釜 45 或二级加氢反应釜 48 内补加催化剂,每次补加的催化剂量为催化剂初始投加量的 1-2%;

(15) 通过甲醇回收器 53 回收甲醇、脱水器 54 脱水、精馏塔 55 精馏得到邻苯二胺和对苯二胺;邻苯二胺和对苯二胺质量含量 99.9%,以混合硝基苯胺计的收率为 95.5%。

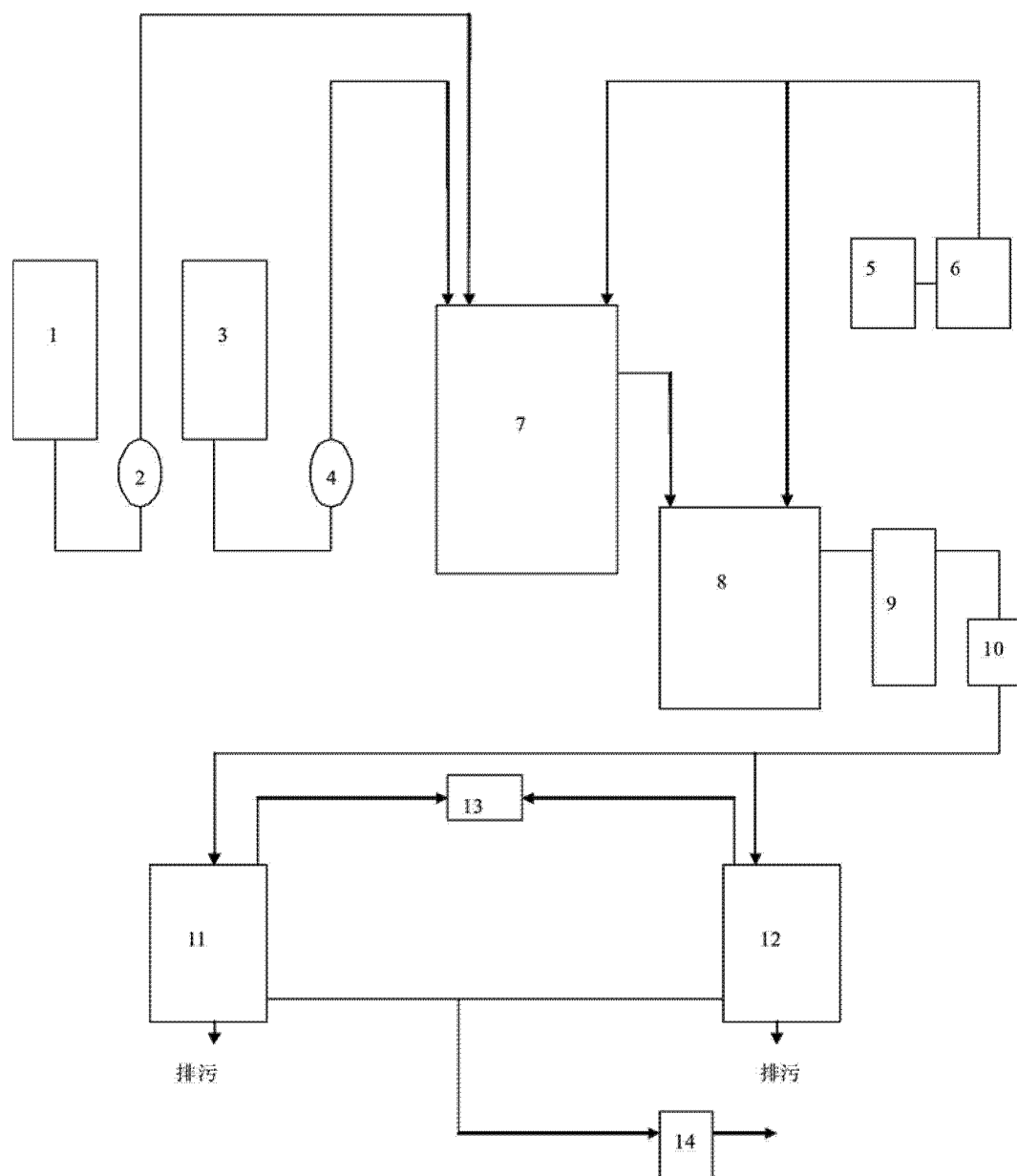


图 1

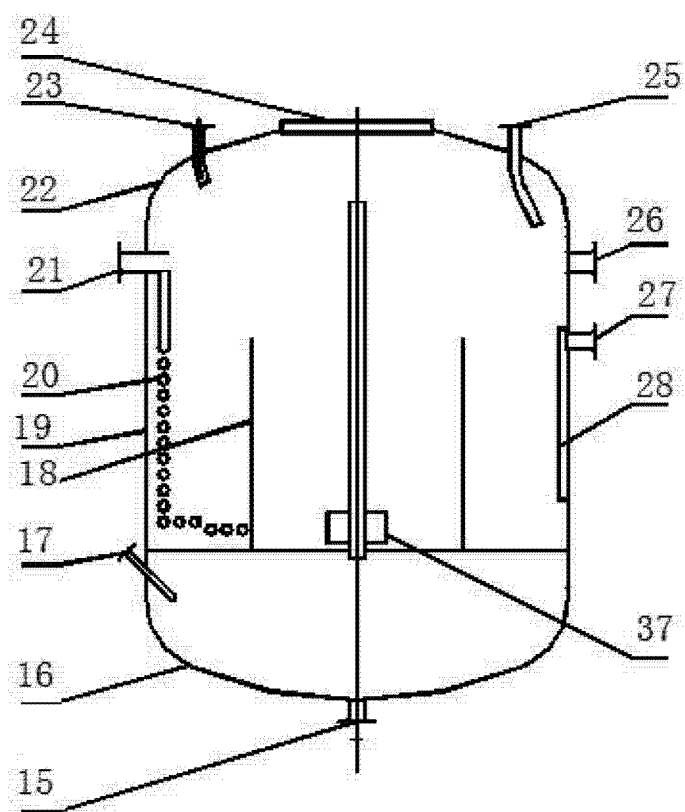


图 2

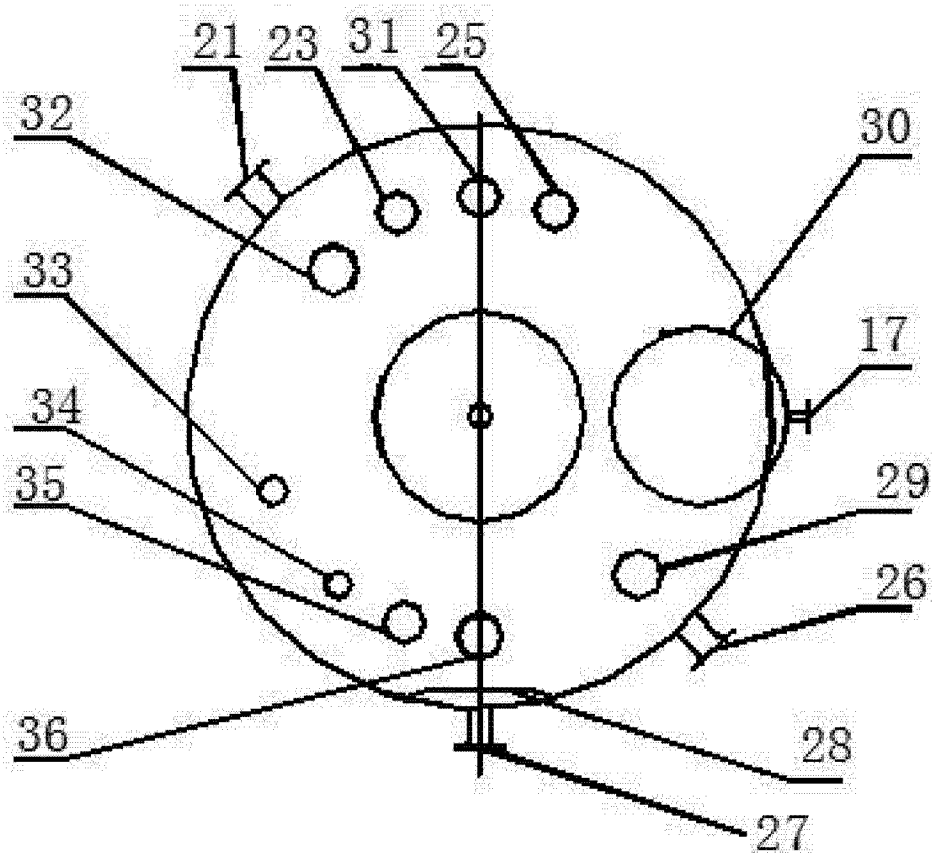


图 3

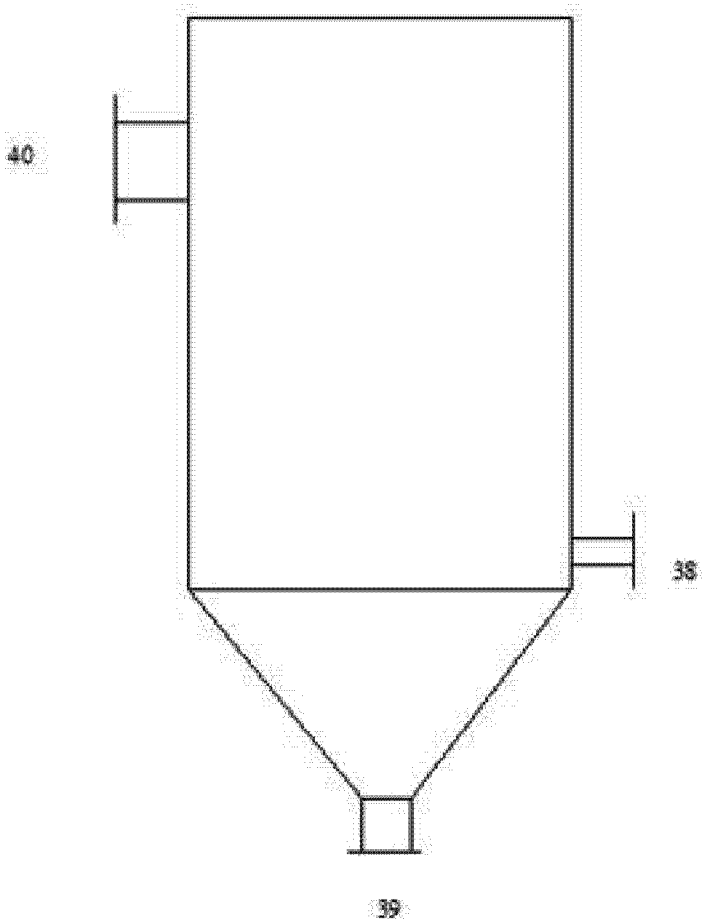


图 4

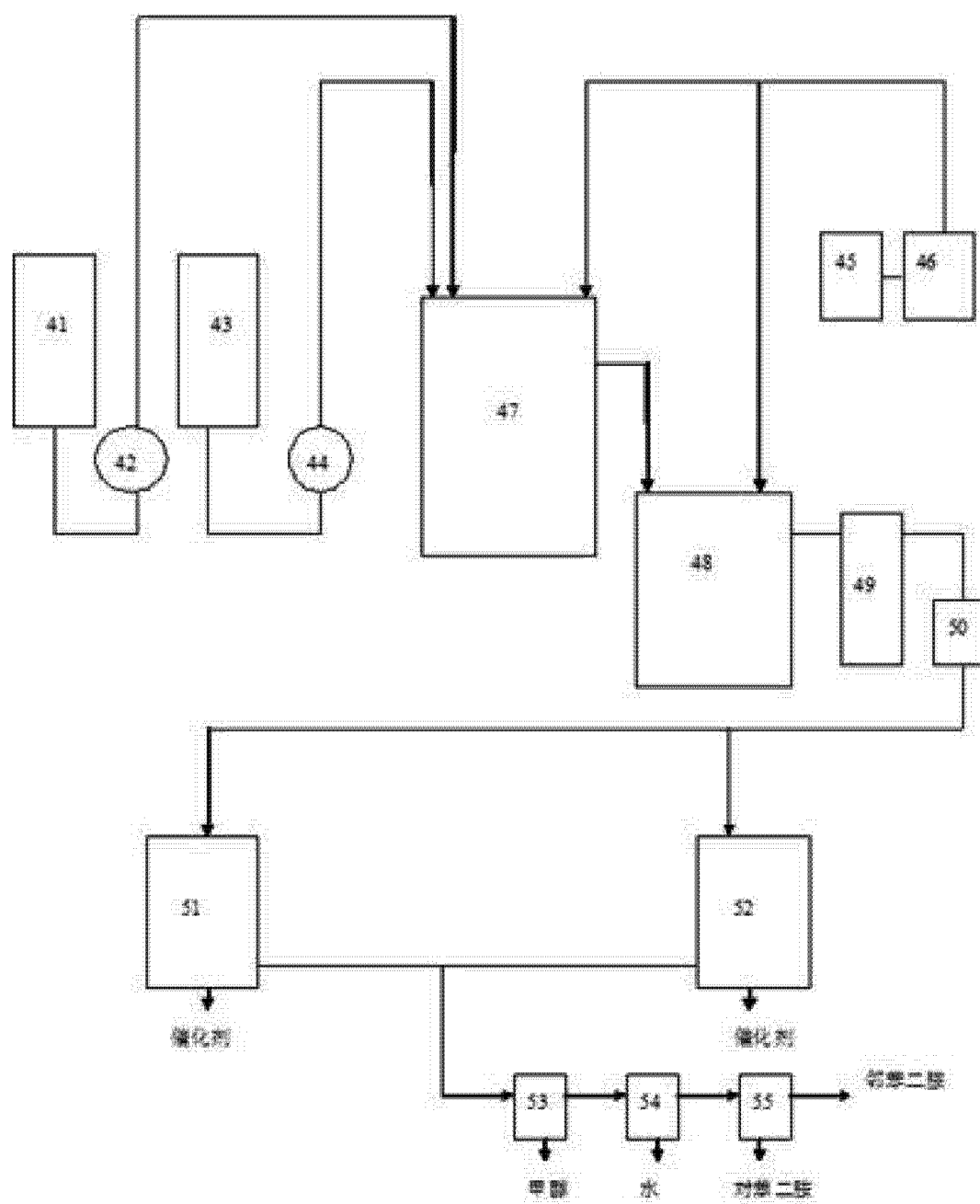


图 5