



(12) 实用新型专利

(10) 授权公告号 CN 205035299 U

(45) 授权公告日 2016.02.17

(21) 申请号 201520449580.2

(ESM) 同样的发明创造已同日申请发明专利

(22) 申请日 2015.06.26

(30) 优先权数据

102014108980.4 2014.06.26 DE

(73) 专利权人 乔治·克劳德方法的研究开发空
气股份有限公司

地址 法国巴黎

(72) 发明人 托马斯·古特穆特
弗兰克·卡斯提罗-维尔他
马库斯·克赖

(74) 专利代理机构 中原信达知识产权代理有限
责任公司 11219

代理人 沈同全 车文

(51) Int. Cl.

C07C 57/07(2006.01)

C07C 51/42(2006.01)

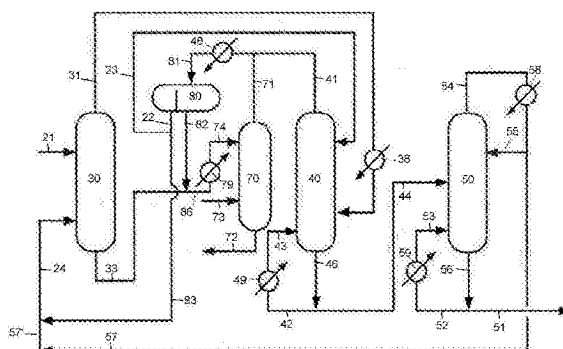
权利要求书1页 说明书8页 附图4页

(54) 实用新型名称

用于对丙烯酸进行提纯的设备

(57) 摘要

本实用新型包括一种用于对丙烯酸进行提纯的设备,所述设备从含有丙烯酸和乙酸的混合物对丙烯酸进行提纯,所述设备包括:萃取柱(30),所述萃取柱(30)用于对含有丙烯酸和乙酸的所述混合物进行萃取,由此获得萃余物流和萃取物流;蒸馏柱(50、90),所述蒸馏柱(50、90)用于对所述萃取物流进行蒸馏,由此获得丙烯酸流和返回流,其特征在于用于使所述返回流返回到所述萃取柱(30)中的返回导管(57),其中所述蒸馏柱(50、90)被设计成使得所述返回流含有乙酸。



1. 一种用于对丙烯酸进行提纯的设备,所述设备从含有丙烯酸和乙酸的混合物对丙烯酸进行提纯,所述设备包括:

萃取柱 (30),所述萃取柱 (30) 用于对含有丙烯酸和乙酸的所述混合物进行萃取,由此获得萃余物流和萃取物流;

蒸馏柱 (50、90),所述蒸馏柱 (50、90) 用于对所述萃取物流进行蒸馏,由此获得丙烯酸流和返回流,

其特征在于,所述设备还包括第一返回导管 (57),所述第一返回导管 (57) 用于使所述返回流返回到所述萃取柱 (30) 中,其中所述蒸馏柱 (50、90) 被设计成使得所述返回流含有乙酸。

2. 根据权利要求 1 所述的设备,其特征在于,所述蒸馏柱 (50、90) 被设计成使得所述返回流含有在所述萃取物流中所含有的乙酸的重量方面至少 90%。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的设备,其特征在于,所述第一返回导管 (57) 和 / 或萃取剂流导管 (24) 通往所述萃取柱 (30) 的底部中。

4. 根据权利要求 1 或 2 所述的设备,其特征在于,所述第一返回导管 (57) 通往萃取剂流导管 (24) 中。

5. 根据权利要求 1 或 2 所述的设备,其特征在于,设置有萃余物汽提器 (70) 用于对所述萃余物流 (33) 进行汽提,其中所述萃余物汽提器 (70) 被设计成用于获得残余流 (71) 和汽提剂流 (72),其中第二返回导管 (75) 将所述汽提剂流 (72) 部分地供应到加热器 (78),并且

第三返回导管 (76) 将被加热的汽提剂流 (72) 再循环到所述萃余物汽提器 (70) 中。

6. 根据权利要求 5 所述的设备,其特征在于,联合流导管 (81) 将所述残余流 (71) 供应到相分离器 (80),其中所述相分离器 (80) 被设计成使得所述残余流 (71) 被分离成较不稠密相和较稠密相,

经由较不稠密相导管 (83) 所述较不稠密相被引导到所述萃取剂流 (24) 中,并且

经由较稠密相导管 (82) 所述较稠密相被引导到所述萃余物汽提器 (70) 中。

7. 根据权利要求 1 或 2 所述的设备,其特征在于,设置有两个蒸馏柱 (50、90),所述两个蒸馏柱是第一蒸馏柱 (50) 和第二蒸馏柱 (90),

其中所述第一蒸馏柱 (50) 被设计成使得丙烯酸流被至少部分地供应到丙烯酸流导管 (51),并且余留在所述第一蒸馏柱 (50) 中的所述返回流被供应到返回流导管 (54),

其中所述返回流导管 (54) 通向所述第二蒸馏柱 (90),

其中所述第二蒸馏柱 (90) 被设计成使得在所述萃取物流中所含有的乙酸被供应到所述第一返回导管 (57),并且再循环流被供应到再循环导管 (92、91)。

用于对丙烯酸进行提纯的设备

技术领域

[0001] 本实用新型涉及一种用于从含有丙烯酸和乙酸的混合物对丙烯酸进行提纯的设备。

背景技术

[0002] 随着丙烯酸的全球年产量超过四百万吨,丙烯酸成为化学工业的生产最多的中间产物之一,这是因为丙烯酸及其衍生物是许多工业级产物的起始物质。尤其重要的是所谓的超吸收剂,丙烯酸与丙烯酸钠(丙烯酸的钠盐)一起聚合为超吸收剂。超吸收剂主要用于卫生用品(例如,尿布)中,但也用于在土壤中储水。丙烯酸的酯被转化为聚合物,且所产生的塑料用于油漆中或用作分散剂。

[0003] 丙烯酸是以双级非均相催化工艺进行工业生产的。从丙烯开始,在约 350℃下,以大于 90 重量%的选择性和产率在钼酸铋上获得丙烯醛。在第二步中,在约 280℃下,在混合的 Mo/V/W 氧化物上进一步对丙烯醛进行氧化以获得丙烯酸。作为副产物,获得了总的氧化产物 CO、CO₂和水,以及来自在丙烯氧化期间所获得的乙醛的少量乙酸。因此,在反应之后执行多级处理。

[0004] 丙烯酸的提纯中的特定挑战是丙烯酸尤其在高温下的聚合倾向。丙烯酸的聚合是释放大量热的强放热反应。因为热又导致聚合的加速,所以丙烯酸倾向于发生爆炸式聚合。丙烯酸的聚合通常导致堵塞且因此导致整个设备的不合需要的停机时期。就这来说,作为副产物而获得的乙酸将被归类为尤其有问题的,这是因为乙酸作为质子供体而促进丙烯酸的聚合。

[0005] DE 102 51 328 B4 描述丙烯酸的提纯方法,其中乙酸被分离,以使得可以经济上可采用的方式从该工序获得乙酸。出于这个目的,来自环己烷和乙酸丙酯的混合物的反应产物被吸收在萃取柱中且被供应到溶剂分离柱。环己烷在其中作为顶部流而分离,并且在提纯后再循环到萃取柱中。在溶剂分离柱的底部中的产物流含有乙酸丙酯、乙酸和丙烯酸。该流被供应到丙烯酸分离塔,丙烯酸作为相对纯的产物从该丙烯酸分离塔排放。乙酸和乙酸丙酯的剩余混合物(该混合物还含有小部分的丙烯酸)在乙酸分离塔中分离,其中乙酸作为产物而排放,且乙酸丙酯作为溶剂而被供应到萃取柱中。

[0006] 然而,已发现,根据该提纯变体,由于相对高浓度的乙酸,很大程度上在丙烯酸分离塔与溶剂分离柱两者中会发生不良的聚合物形成和结垢。因此,在数周操作时间之后就已经在设备内发生堵塞,这就是尤其蒸馏柱和相关联的热交换器内的强力清洁与设备的对应停机时期变得必要的原因。

[0007] 因而产生的乙酸具有大于 90 重量%的相对高的纯度,但来自乙酸的额外产生的相对低的销售收入无法弥补或难以弥补额外投资(例如,蒸馏柱、罐区、装载设备等的投资)和运营成本(例如,增加的资源消耗)的花费。此外,增加的聚合物形成和结垢倾向导致设备的可用性的显著降低以及因聚合物形成所致的丙烯酸产物损失,且还导致有关聚合物的清洁和移除过程中所获得的废料的处置的成本。

[0008] 通过当前常用的催化剂和可用的反应器大小,作为副反应,会在丙烯酸设备中产生约 400kg/h 的乙酸。能够因而实现约 200,000 € (在 500 € /t 的价格下) 的销售收入。然而,该收入与乙酸的分离所致的丙烯酸损失相对化。假设丙烯酸价格为 1500 € /t,该收入则相当于损失了 130kg/h 的丙烯酸。现今,丙烯酸还实现远远更高的市场价格,且上文已描述的有关额外投资和处置成本的其它成本尚未加以考虑。

[0009] 在 US 3,798,264 中提出了用于通过在设备内避免聚合物形成和结垢来提纯丙烯酸的方法。最初,反应产物作为冷凝物而在冷凝器中分离,且在汽提柱中与低沸物分离。含有丙烯酸的剩余相在萃取柱中通过萃取剂而与水相分离,其中一部分乙酸已随着水相而移除。随后,萃取剂在溶剂分离柱中与丙烯酸和乙酸分离。最终,乙酸通过在丙烯酸 / 乙酸分离柱中蒸馏而从丙烯酸移除,其中所获得的乙酸被供应到冷凝物、汽提柱或萃取柱。为了在丙烯酸 / 乙酸分离柱内避免与酸相关的聚合,丙烯酸的一部分再循环,进而分离柱中的丙烯酸浓度被调整为介于 10 重量%与 70 重量%之间的值。

[0010] 然而,已注意到,如现有技术所述的 90 重量%到 30 重量%的乙酸浓度无法在分离柱中可靠地防止聚合物形成,且在延长时期上会促进结垢。此外,已知方法中不利的是,丙烯酸的一部分不仅在分离柱内再循环,而且再循环回萃取器。因此,丙烯酸重复穿过包含蒸馏柱的整个分离区,且因此暴露到热负荷持续相对长的时间,这反而促进聚合物形成和结构,且同时导致贵重产物丙烯酸的损失。

实用新型内容

[0011] 因此,本实用新型的目标是提供用于丙烯酸的提纯的设备,其中现有技术中所存在的缺点被克服。具体来说,希望提高设备的可用性(运行时间 / 操作时间)并防止蒸馏单元的耗费时间的且高成本的清洁,这种清洁原本还涉及到显著的生产损失。

[0012] 该目标通过一种用于对丙烯酸进行提纯的设备来实现。

[0013] 用于从含有丙烯酸和乙酸的混合物对丙烯酸进行提纯的方法包括:对含有丙烯酸和乙酸的混合物进行萃取,由此获得萃余物流和萃取物流。这之后是优选地对萃取物流进行多级蒸馏,由此获得丙烯酸流和返回流,且返回流被引入到萃取剂流中。返回流另外地将在萃取物流中所含有的乙酸引导回到萃取剂流中。

[0014] 根据本实用新型,返回流含有在萃取物流中所含有的乙酸的至少 90 重量%,优选大于 95 重量%。因此,能够以极高的纯度来提取丙烯酸。

[0015] 因此,对于该方法来说,如现有技术所述的丙烯酸和乙酸的直接蒸馏分离步骤不再是必要的。因此,高浓度的乙酸(具体来地,具有高丙烯酸分数)得以避免,并且丙烯酸的与酸相关的聚合受到抑制。对应地,这导致设备的显著较长的运行时间。与通常在数周的操作时间之后需要尤其是蒸馏柱和相关联的热交换器内的彻底清洁以及对应的停机时期的现有技术相比,根据该方法可被执行历经极长操作时间(超过一年),而不需要对应的停机时期。

[0016] 优选的是,简单地说,乙酸(即,基于引入到萃取中的乙酸的总量计,超过 50 重量%、优选超过 60%重量的乙酸)已随着萃余物流从该工序移除。“总量”被理解为从一方面经由含有丙烯酸和乙酸的混合物且另一方面经由返回流而被引入到萃取中的乙酸的那些量的总和得出的乙酸的量。

[0017] 然而,尤其重要的是,在萃余物流中,相比已随着返回流再循环到萃取器中的乙酸的量,已从该工序移除显著更大量的乙酸。以在返回流中所含有的乙酸的量计,从该工序移除比已随着返回流抵达萃取器的乙酸的量多 40% 以上、优选甚至多 50% 以上的乙酸(令返回流中所含有的量为 100%,在萃余物中排放对应于 >140% 或 >150% 的乙酸的量)。由此确保萃取物流中和后续蒸馏中的乙酸的浓度相对低。举例来说,在总量约 1000kg/h 的乙酸进入萃取器(来自进料流 + 返回流)的情况下,随着萃余物移除约 600kg/h,并且在返回流中仅含有约 400kg/h。

[0018] 以整个萃取物流计,萃取中所获得的萃取物流中的乙酸的分数为 <2 重量%,优选 <1 重量%。

[0019] 以返回流的总质量流量计,剩余乙酸以小浓度(通常,3 重量%到 7 重量%,优选 5 重量%)随着返回流再循环到萃取器。

[0020] 乙酸能被单独地引入到萃取中,或者与萃取剂流结合,且所形成的混合物能够被引入到萃取中。

[0021] 在优选方面中,在萃取之前,含有丙烯酸和乙酸的混合物与液体,优选为水,混合。这尤其在 200℃ 到 400℃ 的温度下以丙烯的双级催化气相氧化产生丙烯酸时是优选的。所述液体充当用于氧化的热气体混合物的淬灭介质。

[0022] 已发现还优选的是,通过汽提成汽提剂流(底部)和残余流(回收流/顶部)来使萃余物流分离,其中在萃余物流中所含有的乙酸余留在汽提剂流(底部产物)中。优选使用水作为汽提剂。

[0023] 因此,在汽提期间,乙酸几乎完全(即,以乙酸的总量计,至少 99 重量%,优选 99.9 重量%)被引入到汽提单元中,因此还保留在汽提剂流中,且能够从该工序排放。应强调的是,几乎全部量的乙酸随着萃余物流而进入到汽提器中,且对应地经由底部(汽提剂流)而排放。

[0024] 尤其优选的是,当来自汽提单元的残余流(回收流/顶部)被供应到萃取剂流时,由于汽提,能够从萃余物流回收额外萃取剂,其中萃取剂通常以小分数(即,以萃余物流计,小于 3 重量%,优选 2 重量%)包含在萃余物流中。

[0025] 此外,能够设置成,残余流(回收流)被分离成较不稠密液相和较稠密液相,其中较不稠密相被供应到萃取剂流,且较稠密相被供应到萃余物。再循环到萃取剂流的较不稠密相的纯度提高。此外,可能含有的乙酸被从残余流移除,且乙酸的浓度在萃取物流的后续蒸馏内被减小。

[0026] 在优选方面中,萃取剂是乙酸异丙酯和环己烷的混合物。具体来说,发现以萃取剂的总量计由 70 重量%至 20 重量%的乙酸异丙酯和 30 重量%至 80 重量%的环己烷组成的萃取剂是有利的。然而,作为示例,二乙基酮、甲基丙基酮、丙醛(丙烯醛)、(甲基)丙烯醛、异丁烯、甲基叔丁基醚(MTBE)或其混合物也能够用作萃取剂。

[0027] 在方法的尤其优选的方面中,在萃取物流的蒸馏之前,使环己烷从萃取物流分离。这简化了萃取物流的后续蒸馏,且导致对应的蒸馏柱的较好的分离效率。

[0028] 后续蒸馏是以 <110℃、优选 <100℃、尤其优选 <95℃ 的适中温度且以 <0.4 巴、优选 <0.3 巴、尤其优选 <0.2 巴的压力执行的。

[0029] 萃取物流的蒸馏优选是以两级执行,其中在第一蒸馏级中,丙烯酸流至少部分地

被排放,且第二级的剩余流被分离成返回流和再循环流,其中再循环流被完全再循环到第一级中。因此,第一级中的丙烯酸浓缩和第二级中的返回流的分离得以执行。由于分离任务在若干蒸馏级上的这种空间和技术上的划分(即,丙烯酸的分离和返回流的分离),在一个级中的条件可针对相应的分离任务来优化。因此,实现尤其仔细且有效的分离。具体来说,该两个级均以 $<110^{\circ}\text{C}$ 、优选 $<100^{\circ}\text{C}$ 、尤其优选 $<95^{\circ}\text{C}$ 的适中温度且以 <0.4 巴、优选 <0.3 巴、尤其优选 <0.2 巴的压力来操作。

[0030] 在具有两个蒸馏级的优选构造中,第一级优选以低于第二级的压力操作。这考虑了第一级的底部处的较高丙烯酸浓度。对于第二级,略高的压力是充足且有利的,以便能够以适中的冷却水温度在第二级的顶部处使相对低沸点的萃取剂有效地冷凝。

[0031] 本实用新型的目标还基本上通过一种设备来实现,其中提供一种用于从含有丙烯酸和乙酸的混合物对丙烯酸进行提纯,尤其是用于执行所述的方法的设备。根据本实用新型的设备包括:萃取柱,该萃取柱用于对含有丙烯酸和乙酸的混合物进行萃取。萃取剂流通过导管被供应到萃取柱。此外,提供用于对萃取物流进行蒸馏的蒸馏柱和返回导管。根据本实用新型,蒸馏柱被设计成使得至少一股返回流被引导经由返回导管,所述至少一股返回流含有在萃取物流中所含有的乙酸的至少90重量%。

[0032] 该返回导管和/或萃取剂导管优选地在萃取的底部开口。当萃取剂导管通往萃取的底部时,其中返回导管首先通往萃取剂导管的设备的构造是尤其优选的。直接或间接地将返回流馈送到萃取的底部中具有优势在于,含水返回流中所含有的乙酸将必须经过萃取柱中的所有内部配件,以便在顶部处进入到所提取的萃取物流中。通过萃取柱中的内部配件(优选为托盘,尤其优选为超过60个托盘,更尤其优选为超过90个托盘),能够实现如此高的分离效率,从而经由返回流而再循环的乙酸实际上被完全提取,且因此在设备的操作期间的乙酸的积聚得以防止。

[0033] 如现有技术所述的乙酸作为副产物的回收被省略,且因此乙酸和萃取剂流的专门分离不再是必须的。因此,原则上,如现有技术所述的额外的分离单元能够被省略,由此设备花费减少。

[0034] 在优选实施例中,提供了萃取物汽提器,其中用于对萃取物流进行汽提的萃取物汽提器被设计成使得获得汽提剂流(底部)和残余流(回收流/顶部),其中返回导管将汽提剂流部分供应到加热器,且返回导管将所加热的汽提剂流再循环到萃取物汽提器中。加热器提供汽提所需的热量。大体上,新鲜汽提剂(优选为蒸汽)的直接添加因此被省略,且较大量的废水得以避免。

[0035] 在尤其优选的方面中,提供了将残余流(回收流)供应到相分离器的导管,其中相分离器被设计成使得残余流(回收流)被分离成较不稠密相和较稠密相。此外,较不稠密相经由一个导管而被引导到萃取剂流中,且较稠密相经由另一导管而被引导到萃取物汽提器中。

[0036] 在优选方面中,提供了两个蒸馏柱,其中第一蒸馏柱被设计成使得经由导管被提取由至少95重量%、优选 >96.5 重量%的丙烯酸组成的流。经由另外的导管,来自第一蒸馏柱的顶部产物进入到第二蒸馏柱中,流从所述第二蒸馏柱经由返回导管而再循环到第一柱中。通过相对较少的技术工作,且在适度条件下,可由此实现极高纯度的所提取的丙烯酸,这是因为第一柱、第二柱以及到第一柱中的再循环的这种互连至少正好与串联连接的三个

柱一样好。

[0037] 总之,根据本实用新型,提供一种用于对丙烯酸进行提纯的设备,所述设备从含有丙烯酸和乙酸的混合物对丙烯酸进行提纯,所述设备包括:萃取柱,所述萃取柱用于对含有丙烯酸和乙酸的所述混合物进行萃取,由此获得萃余物流和萃取物流;蒸馏柱,所述蒸馏柱用于对所述萃取物流进行蒸馏,由此获得丙烯酸流和返回流,其特征在于,所述设备还包括第一返回导管,所述第一返回导管用于使所述返回流返回到所述萃取柱中,其中所述蒸馏柱被设计成使得所述返回流含有乙酸。

[0038] 还能够从附图和示例性实施例的以下描述理解本实用新型的其它特征、优势和可能的应用。所描述和/或说明的所有特征自身或以任何组合形成本实用新型的主题,而这与所述特征在权利要求中的包含或所述特征的反向引用无关。

附图说明

[0039] 在附图中:

[0040] 图 1 示出具有蒸馏柱的根据本实用新型的设备和不具有加热器的萃余物汽提器,

[0041] 图 2 示出如图 1 所示的根据本实用新型的设备和具有加热器的萃余物汽提器,

[0042] 图 3 示出具有两个蒸馏柱的根据本实用新型的设备和不具有加热器的萃余物汽提器,并且

[0043] 图 4 示出如图 3 所示的根据本实用新型的设备和具有加热器的萃余物汽提器。

具体实施方式

[0044] 图 1 所示的设备包括萃取柱 30,用于对经由导管 21 而被供应到萃取柱 30 的含有丙烯酸和乙酸的混合物进行萃取。萃取剂流(此处为环己烷和乙酸异丙酯的混合物)经由导管 24 被供应到萃取柱 30。从萃取柱 30 获得的萃余物经由导管 33 被传递到汽提器布料器 86 中,接着被传递到加热器 79 中,并经由导管 74 而被供应到萃余物汽提器 70。萃取柱 30 中所获得的萃取物经由导管 31 而被引入到热交换器或加热器 38 中,并随后被供应到溶剂分离柱 40。

[0045] 汽提剂(优选为蒸汽)经由导管 73 而被供应到萃余物汽提器 70。汽提剂流经由导管 72 从该工序移除。在本实用新型的该方面中,乙酸的主要部分(即,基于将主要量的乙酸引入到汽提器 70 中的萃余物流,>99 重量%的部分)随汽提剂流一起排放。所获得的残余流经由导管 71 排放,并且与来自溶剂分离柱 40 的导管 41 的顶部流一起被供应到热交换器 48。该联合流从热交换器 48 经由导管 81 供应到具有 2 个液相的相分离器,此处为倾析转鼓(decanting drum)80。

[0046] 倾析转鼓 80 将来自导管 81 的残余流分离成较稠密液相和较不稠密液相。优选表示水相的较稠密相经由导管 82 而被供应到汽提器布料器 86。优选含有萃取剂或其部分的较不稠密相至少部分地经由导管 22 和 83 供应到在导管 24 中的萃取剂流。较不稠密相的一部分还能够经由导管 22 和 23 而再循环到溶剂分离柱 40。

[0047] 在本示例性实施例中,溶剂分离柱 40 用于从萃取物流分离环己烷。环己烷作为顶部流经由导管 41 而被提取,而此处含有丙烯酸、乙酸异丙酯和残余乙酸的剩余萃取物流经由导管 46、44 被供应到蒸馏柱 50。该残余萃取物流的一部分还能够经由导管 46、42、43 而

再循环到溶剂分离柱 40 中,并且在该工序中在加热器 49 中被加热。

[0048] 从蒸馏柱 50,丙烯酸作为丙烯酸流经由导管 56、51 而从该工序移除,作为具有通常 >95 重量%、优选 >96.5 重量%的纯度的产物。丙烯酸流的一部分还能够经由导管 56、52、53 而再循环到蒸馏柱 50 中,并且在该工序中在加热器 59 中被加热。返回流经由导管 54 而从蒸馏柱 50 提取,并且含有乙酸和乙酸异丙酯。返回流在热交换器 58 中冷凝,并且经由导管 57 而被供应到在导管 24 中的萃取剂流。在热交换器 58 之后,萃取剂流的一部分还能够经由导管 55 再循环到蒸馏柱 50。

[0049] 图 2 示出与图 1 类似的设备。此外,汽提剂流的一部分经由导管 75、76 而再循环到萃取物汽提器 70 中,并且在该工序中在加热器 78 中被加热。如图 1 和图 3 所示的经由导管 73 而进行的新鲜汽提剂的供应由此能够被省略。所排放的汽提剂流的分数同样减小,以使得生态上和经济上较高效的工序整体上是可行的。

[0050] 图 3 和图 4 示出了本实用新型的优选方面,其中图 3 还示出了不具有加热器的萃取物汽提剂 70,且图 4 示出了具有加热器 78 的萃取物汽提剂 70 以及经由导管 75、76 而进行的汽提剂流的再循环。

[0051] 图 3 和图 4 示出了萃取物流的两级蒸馏,其中第一级对应于图 1 和图 2 的蒸馏柱 50。然而,在图 3 和图 4 中,返回流不是经由导管 54、57 直接供应到导管 24 中的萃取剂流,而是首先经由导管 56' 而被馈送到第二蒸馏柱 90 中。

[0052] 在第二蒸馏柱 90 中,再循环流经由导管 92、91 而排放,并且经由导管 55 而被进料到第一蒸馏柱 50。再循环流的一部分能够经由导管 92、93 而被引入到第二蒸馏柱 90 中,并且在该工序中在加热器 99 中被加热。返回流经由导管 94、57 和热交换器 98 被引入到导管 24 中的萃取剂流中。该返回流的一部分能够经由导管 95 而再循环到第二蒸馏柱 90。

[0053] 以下示例性实施例在表 1 中示出典型工艺条件和浓度:

[0054] 表 1:

[0055]

导管	T/℃	p/Mpa(a)	c 丙烯酸/重量%	c 乙酸/重量%	c 环己烷/重量%	c 乙酸异丙酯/重量%
21	35	3	45-55	—	—	—
24	35	5	<1	<2	50-60	40-50
33	35	5	<1	<5	—	<3
74	65	4	<1	<5	—	<2
31	35	3	21	<2	35-45	25-35
72	70	6	<1	<5	—	—
71	70	<1	—	<0.2	<1	80-90
41						
81						
82	33	4	—	—	<1	<2
22	33	6	—	—	55-65	35-40
83	33	6	—	—	55-65	35-40
23	33	6	—	—	55-65	35-40
44	90-110	4	65-75	<2	<1	25-35
42	90-110	2	65-75	<2	<1	25-35
43	90-110	1	65-75	<2	<1	25-35
51	20	4	>95	—	—	—
57	33	5	<2	<6	<2	90-95

[0056] 附图标记的列表

[0057] 21-24 导管

[0058] 30 萃取柱

[0059] 31、33 导管

[0060] 38 加热器

[0061] 40 溶剂分离柱

[0062] 41-46 导管

[0063] 49 加热器

[0064] 48 热交换器

[0065] 50 第一蒸馏柱

[0066]	51-57	导管
[0067]	59	加热器
[0068]	58	热交换器
[0069]	70	萃取物汽提器
[0070]	71-76	导管
[0071]	78 和 79	加热器
[0072]	80	倾析转鼓
[0073]	81-83	导管
[0074]	86	汽提器布料器
[0075]	90	第二蒸馏柱
[0076]	91-95	导管
[0077]	98	热交换器
[0078]	99	加热器

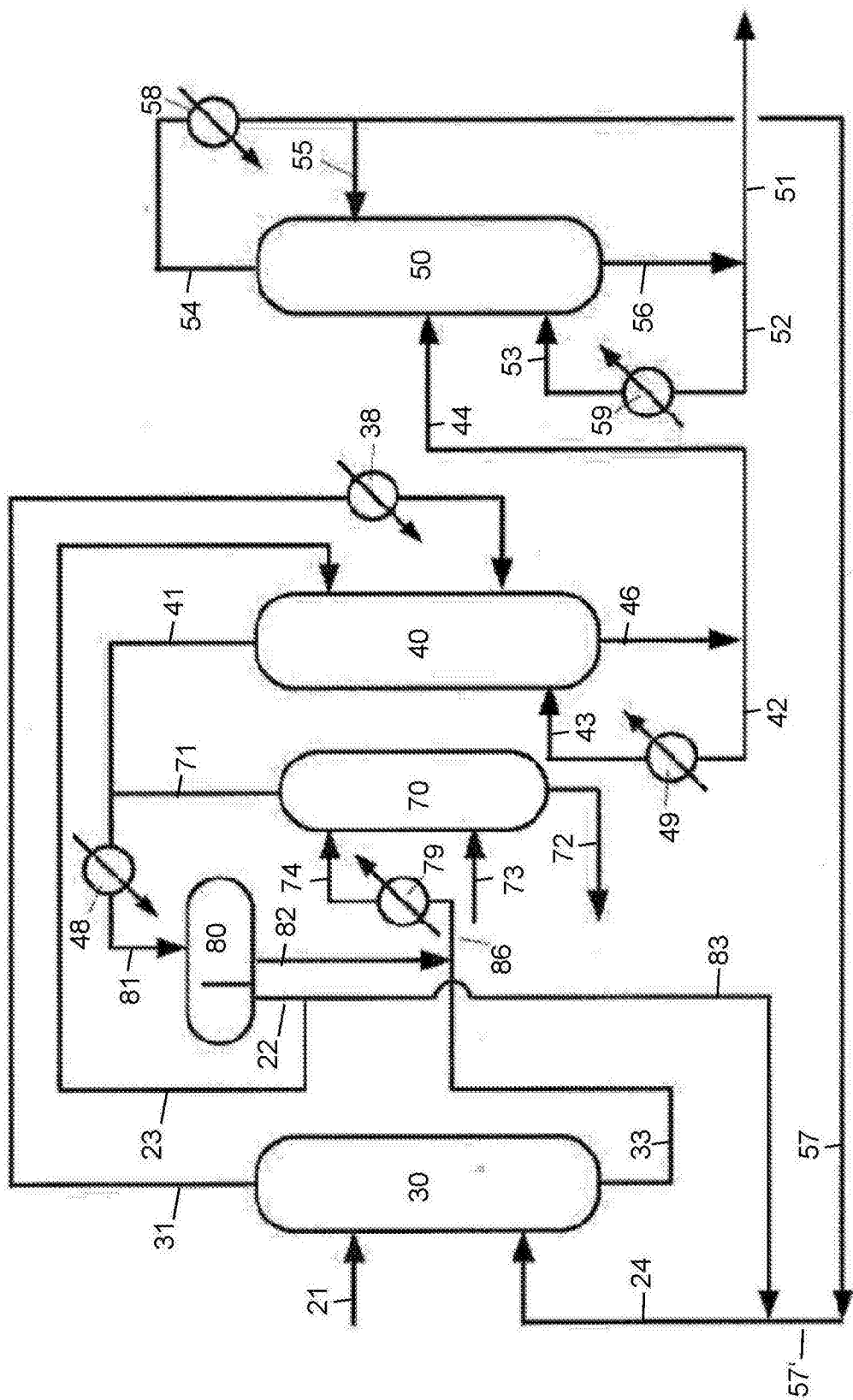


图 1

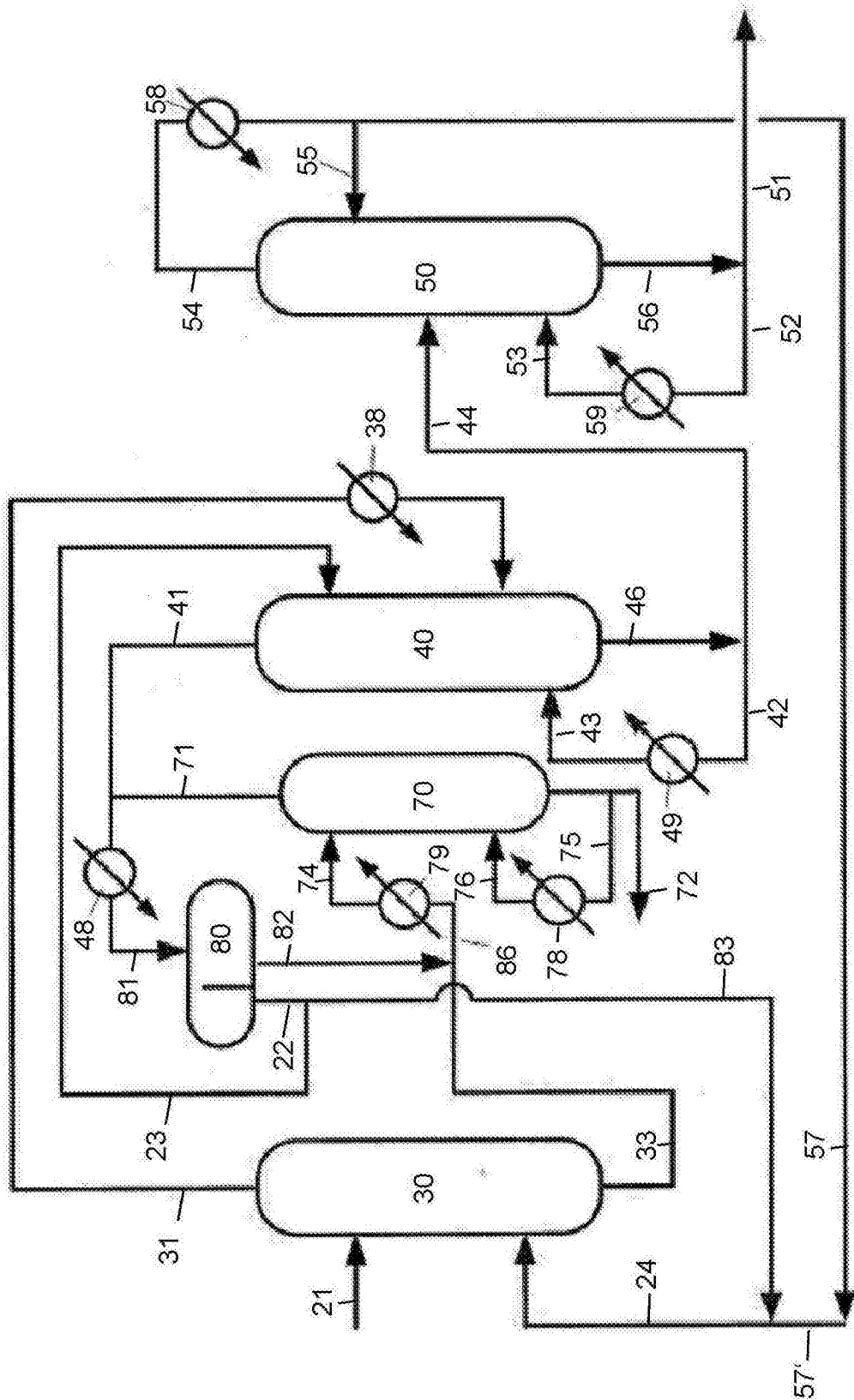


图 2

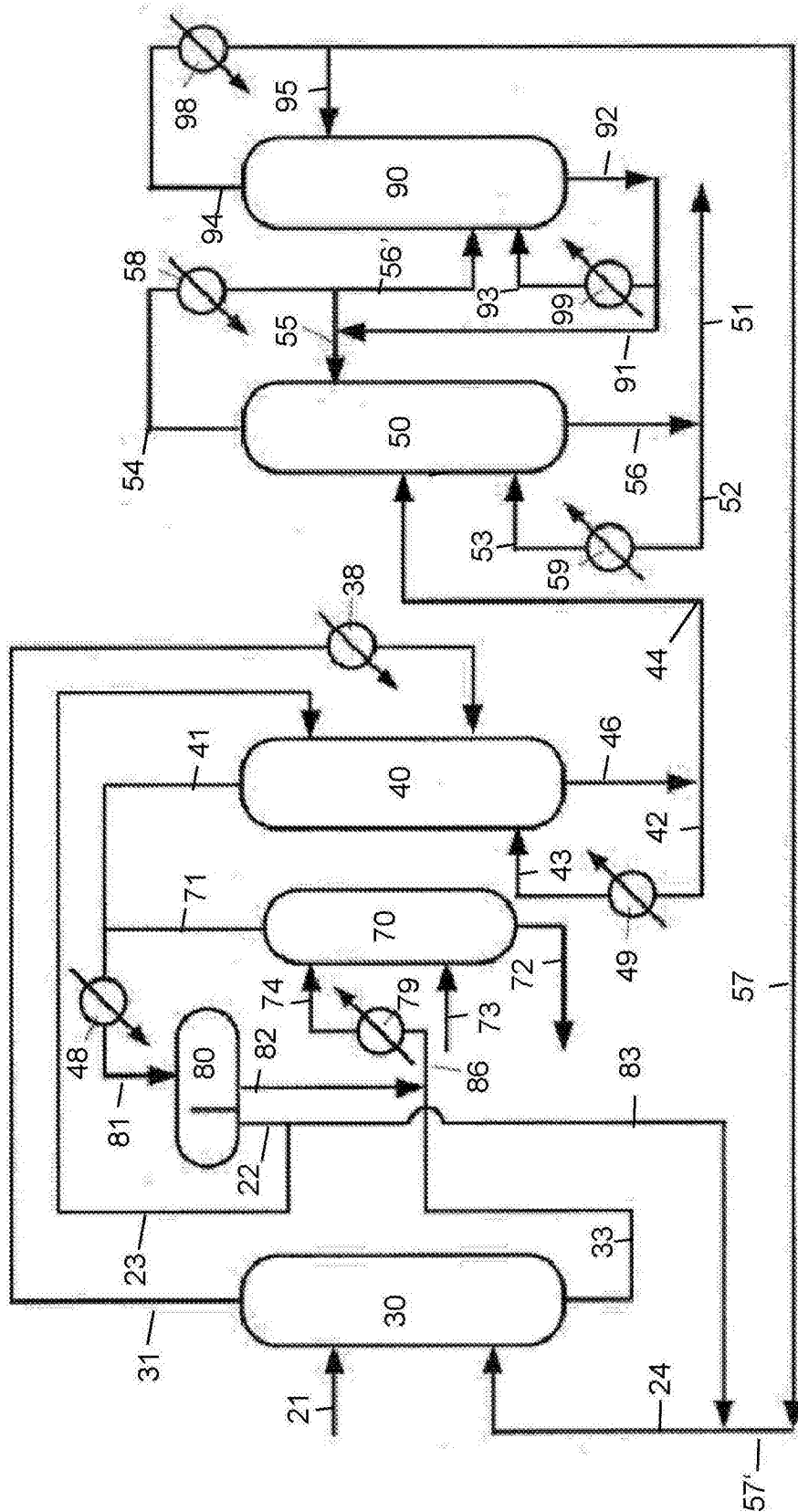


图 3

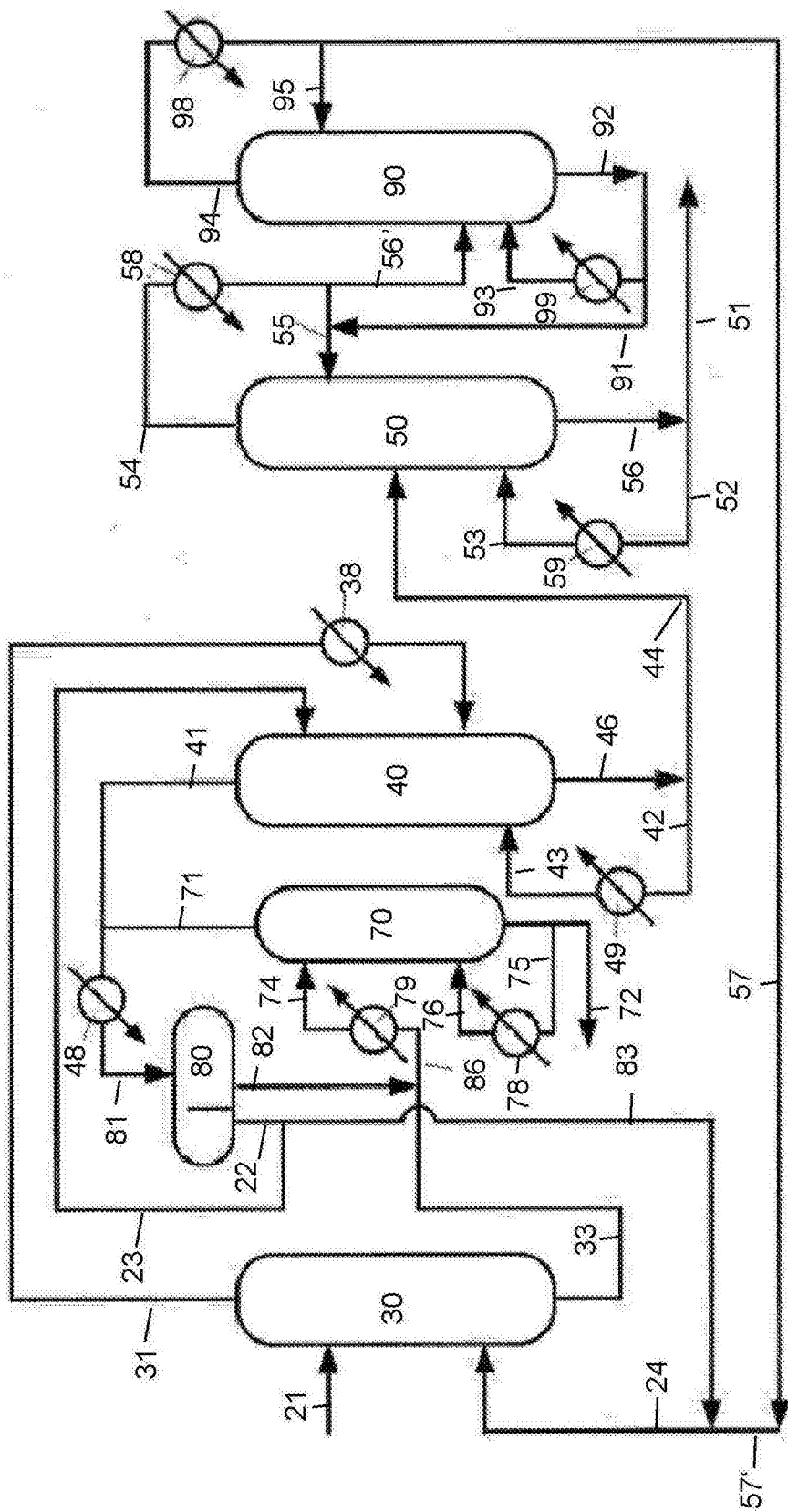


图 4