



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 112707823 A

(43) 申请公布日 2021. 04. 27

(21) 申请号 202011624547.0

B01J 19/00 (2006.01)

(22) 申请日 2020.12.30

B01J 19/24 (2006.01)

(71) 申请人 东营安诺其纺织材料有限公司

C01B 17/88 (2006.01)

地址 257299 山东省东营市河口区海宁路  
779号

C01B 21/44 (2006.01)

(72) 发明人 刘云龙 乔鹏伟 张建军 冯全明  
吴劲 于子航 王海任 李建华

(74) 专利代理机构 济南圣达知识产权代理有限  
公司 37221

代理人 张晓鹏

(51) Int. Cl.

C07C 201/08 (2006.01)

C07C 201/16 (2006.01)

C07C 205/12 (2006.01)

B01J 4/00 (2006.01)

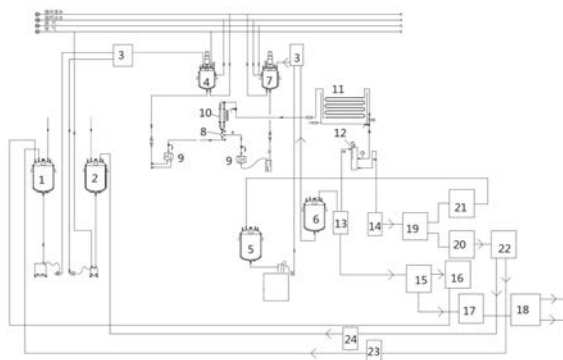
权利要求书2页 说明书6页 附图1页

(54) 发明名称

绿色安全高效连续化生产2,4-二硝基氯苯  
系统和方法

(57) 摘要

本发明涉及绿色安全高效连续化生产2,4-二硝基氯苯的系统和方法。包括配料装置、微筛孔反应器、熟化器、冷却装置、分相装置、有机相处理装置、无机相处理装置,配料装置与微筛孔反应器连接,微筛孔反应器依次与熟化器、冷却装置、分相装置连接,分相装置分别与有机相处理装置、无机相处理装置连接,无机相处理装置包括依次连接的萃取装置、废酸处理装置,萃取装置与分相装置连接,有机相处理装置包括依次连接的洗涤装置、结晶装置,洗涤装置与分相装置连接,有机相处理装置与配料装置连接。实现了2,4-二硝基氯苯的连续化生产,提高了产率和纯度,生产方式绿色、安全、高效。



1. 一种绿色安全高效连续化生产2,4-二硝基氯苯的系统,其特征在于:包括配料装置、微筛孔反应器、熟化器、冷却装置、分相装置、有机相处理装置、无机相处理装置,配料装置与微筛孔反应器连接,微筛孔反应器依次与熟化器、冷却装置、分相装置连接,分相装置分别与有机相处理装置、无机相处理装置连接,无机相处理装置包括依次连接的萃取装置、废酸处理装置,萃取装置与分相装置连接,有机相处理装置包括依次连接的洗涤装置、结晶装置,洗涤装置与分相装置连接,有机相处理装置与配料装置连接。

2. 如权利要求1所述的绿色安全高效连续化生产2,4-二硝基氯苯的系统,其特征在于:配料装置包括混酸装置和有机相配料装置,混酸装置和有机相配料装置分别与微筛孔反应器连接。

3. 如权利要求2所述的绿色安全高效连续化生产2,4-二硝基氯苯的系统,其特征在于:混酸装置包括稀硫酸缓存罐、浓硝酸缓冲罐、静态混合器、混酸进料罐,稀硫酸缓存罐、浓硝酸缓冲罐分别与静态混合器连接,静态混合器与混酸进料罐连接,混酸进料罐与微筛孔反应器连接。

4. 如权利要求2所述的绿色安全高效连续化生产2,4-二硝基氯苯的系统,其特征在于:有机相配料装置包括氯苯缓存罐、有机相缓冲罐、静态混合器、有机相进料罐,氯苯缓存罐、有机相缓冲罐分别与静态混合器连接,静态混合器与有机相进料罐连接;

或,配料装置与微筛孔反应器连接的管道上设置计量泵。

5. 如权利要求1所述的绿色安全高效连续化生产2,4-二硝基氯苯的系统,其特征在于:有机相处理装置还包括有机相储罐、粗产品收集装置、洗涤水收集装置,有机相储罐与分相装置连接,有机相储罐与洗涤装置连接,洗涤装置分别与粗产品收集装置、洗涤水收集装置连接;

或,无机相处理装置还包括无机相储罐、废酸储罐、酸性氯苯储罐、回收硫酸储罐、回收硝酸储罐,无机相储罐与分相装置连接,萃取装置分别与酸性氯苯储罐、废酸储罐连接,废酸储罐与废酸浓缩装置连接,废酸浓缩装置分别与回收硫酸储罐、回收硝酸储罐连接;

优选的,酸性氯苯储罐与氯苯缓存罐连接;

或,萃取装置为超重力反应装置。

6. 如权利要求5所述的绿色安全高效连续化生产2,4-二硝基氯苯的系统,其特征在于:冷却装置与结晶装置连接。

7. 利用权利要求1-6任一所述的系统进行2,4-二硝基氯苯绿色安全高效连续化生产的方法,其特征在于:具体步骤为:

硫酸溶液和浓硝酸溶液通过静态混合器进行混合后进入到混酸进料罐中;

氯苯和有机相混合溶液通过静态混合器进行混合后进入到有机相进料罐中;

混酸和有机相溶液同时进入到微筛孔反应器中进行反应,反应产物直接进入到冷却装置中进行冷却,冷却后的物料进入到分相装置中进行分相;

分相后得到的有机相经过洗涤得到粗产品和洗涤水,粗产品通过结晶处理得到2,4-二硝基氯苯和2,6-二硝基氯苯;

分相后的无机相利用氯苯进行萃取得到废酸和酸性氯苯;

得到的废酸通过浓缩得到回收的硫酸和硝酸。

8. 如权利要求7所述的2,4-二硝基氯苯绿色安全高效连续化生产的方法,其特征在于:

硫酸溶液的浓度为92-93%，硝酸溶液的浓度为90-97%；

或，混酸中硫酸和硝酸的质量比为5:1-10:1，硝酸和氯苯的摩尔比为2.05~2.15/1；

或，有机相溶液与氯苯的质量比=0.5/1~1/1；

或，有机相溶液为经过分相后得到的有机相混合物，有机相混合物中包括2,4-二硝基氯苯和2,6-二硝基氯苯；

或，微筛孔反应器的进料温度为25-35度，出料温度为125-140度；

或，熟化器的进料中，进料的物料中二硝基氯苯占比97.9~98.5%，氯苯的转化率为98.2~99.5%，熟化器的出料中，二硝基氯苯占比99-99.8%，2,4二硝基氯苯/2,6二硝基氯苯的摩尔比=97.5~98.5/1.5~2，氯苯的转化率为100%。

9. 如权利要求7所述的2,4-二硝基氯苯绿色安全高效连续化生产的方法，其特征在于：分相后，有机相的洗涤温度和结晶的温度分别为80~85℃和80~95℃；

或，分相后，无机相萃取中氯苯和废酸的质量比和有机相洗涤中洗涤水和有机相溶液的质量比分别为1/10~1/20；

或，冷却后，物料的温度为80~85℃。

10. 如权利要求7所述的2,4-二硝基氯苯绿色安全高效连续化生产的方法，其特征在于：

废酸浓缩过程中通过蒸发浓缩的方法进行废酸的回收，回收得到的硫酸的浓度为91.5~92.5%，回收得到的硝酸的浓度为85-95%；

萃取通过离心萃取的方法进行，萃取的温度为65-80度。

## 绿色安全高效连续化生产2,4-二硝基氯苯系统和方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于2,4-二硝基氯苯的生产技术领域,具体涉及一种绿色安全高效连续化生产2,4-二硝基氯苯的系统和方法。

### 背景技术

[0002] 公开该背景技术部分的信息仅仅旨在增加对本发明的总体背景的理解,而不必然被视为承认或以任何形式暗示该信息构成已经成为本领域一般技术人员所公知的现有技术。

[0003] 2,4-二硝基氯苯是一种重要的精细化工中间体,广泛应用于医药、农药、染料、炸药、化学助剂等领域,现有的2,4-二硝基氯苯制备方法,现有的2,4-二硝基氯苯生产方式大多采用对硝基氯苯低温硝化釜式生产模式,产品纯度较高,但存在原料成本高,采用低温硝化能耗高,釜式生产安全系数低,副产三硝基氯苯易爆危险废物的问题。采用氯苯做原料进行低温硝化的产品纯度往往达不到质量要求,采用的较少。

[0004] 现有工艺无法实现连续生产,主要是因为1、采用低温硝化后物料温度低,需要升温才能进行萃取,洗涤,造成工艺间断和能源大量消耗;2、萃取油相中含有多硝基氯苯和2,6-二硝基氯苯等杂质,需要进行间歇式溶剂重结晶提纯,在生产产品的同时,需要进行溶剂回收和易爆固体废弃物处置;3、低温硝化所需硫酸浓度在95%~98%,否则硝化活性不足,造成工艺间断和能耗偏高。

### 发明内容

[0005] 针对上述现有技术中存在的问题,本发明的目的是提供一种绿色安全高效连续化生产2,4-二硝基氯苯的系统和方法。本发明的路线采用氯苯为起始原料,经高温绝热硝化,连续萃取洗涤,熔融结晶技术生产高纯度2,4-二硝基氯苯,同时副产2,6-二硝基氯苯。

[0006] 为了解决以上技术问题,本发明的技术方案为:

[0007] 第一方面,一种绿色安全高效连续化生产2,4-二硝基氯苯的系统,包括配料装置、微筛孔反应器、熟化器、冷却装置、分相装置、有机相处理装置、无机相处理装置,配料装置与微筛孔反应器连接,微筛孔反应器依次与熟化器、冷却装置、分相装置连接,分相装置分别与有机相处理装置、无机相处理装置连接,无机相处理装置包括依次连接的萃取装置、废酸处理装置,萃取装置与分相装置连接,有机相处理装置包括依次连接的洗涤装置、结晶装置,洗涤装置与分相装置连接,有机相处理装置与配料装置连接。

[0008] 所述系统实现了2,4-二硝基氯苯的连续化生产,氯苯和硫硝混酸通过连续进料,然后再微筛孔反应器中进行连续反应,连续得到产物,经过连续的冷却、分相、洗涤、萃取、结晶等实现产物的不断生产、分离,并且实现了酸性氯苯、有机相溶液回用。

[0009] 通过计量泵加静态混合器进行物料的配置,有助于进行进料的比例控制。实现连续的进料。

[0010] 第二方面,利用绿色安全高效连续化生产2,4-二硝基氯苯的系统进行2,4-二硝基

氯苯绿色安全高效连续化生产的方法,具体步骤为:

[0011] 硫酸溶液和浓硝酸溶液通过静态混合器进行混合后进入到混酸进料罐中;

[0012] 氯苯和有机相混合溶液通过静态混合器进行混合后进入到有机相进料罐中;

[0013] 混酸和有机相溶液同时进入到微筛孔反应器中进行反应,反应产物直接进入到冷却装置中进行冷却,冷却后的物料进入到分相装置中进行分相;

[0014] 分相后得到的有机相经过洗涤得到粗产品和洗涤水,粗产品通过结晶处理得到2,4-二硝基氯苯和2,6-二硝基氯苯;

[0015] 分相后的无机相利用氯苯进行萃取得到废酸和酸性氯苯;

[0016] 得到的废酸通过浓缩得到回收的硫酸和硝酸。

[0017] 硝化反应中采用了微筛孔反应器技术,利用微筛孔通道进行反应,实现了强传质的过程强化效果,实现了自动化安全高效运行。

[0018] 使用氯苯作为废酸的萃取剂,既减少了外源萃取剂的引入和回收的能耗,又将废酸中残余的少量硝酸进行反应后生产硝基氯苯,实现了硝酸的全部回用。

[0019] 本发明一个或多个技术方案具有以下有益效果:

[0020] 实现了2,4-二硝基氯苯的连续化生产,解决了间歇生产带来的工艺过程不连续,不稳定的问题,实现了连续得到2,4-二硝基氯苯产品,进料过程通过计量泵进行尽量进料,保证反应过程中物料的比例恒定,通过微筛孔反应器和熟化器的配合,微筛孔反应器得到的物料通过熟化器进一步熟化,实现高温绝热硝化高转化率和高选择性,通过逆流离心萃取、熔融结晶条件的控制,实现提高萃取效率,提高产品的纯度;

[0021] 反应过程无需加热或撤热,利用反应本身放出的热量维持反应温度在最佳范围,反应过程具有安全性。

[0022] 反应阶段通过控制物料的质量比和反应条件的控制,实现提高反应效率,反应的选择性更好。

### 附图说明

[0023] 构成本发明的一部分的说明书附图用来提供对本申请的进一步理解,本发明的示意性实施例及其说明用于解释本发明,并不构成对本发明的不当限定。

[0024] 图1为绿色安全高效连续化生产2,4-二硝基氯苯的系统的结构图;

[0025] 其中,1、稀硫酸缓存罐,2、浓硝酸缓冲罐,3、静态混合器,4、混酸进料罐,5、氯苯缓存罐,6、有机相缓冲罐,7、有机相进料罐,8、微筛孔反应器,9、计量泵,10、熟化器,11、冷却装置,12、分相装置,13、有机相储罐,14、无机相储罐,15、洗涤装置,16、洗涤水收集装置,17、粗产品收集装置,18、结晶装置,19、萃取装置,20、废酸储罐,21、酸性氯苯储罐,22、废酸浓缩装置,23、回收硫酸储罐,24、回收硝酸储罐。

### 具体实施方式

[0026] 应该指出,以下详细说明都是例示性的,旨在对本发明提供进一步的说明。除非另有指明,本文使用的所有技术和科学术语具有与本发明所属技术领域的普通技术人员通常理解的含义。

[0027] 需要注意的是,这里所使用的术语仅是为了描述具体实施方式,而非意图限制根

据本申请的示例性实施方式。如在这里所使用的,除非上下文另外明确指出,否则单数形式也意图包括复数形式,此外,还应当理解的是,当在本说明书中使用术语“包含”和/或“包括”时,其指明存在特征、步骤、操作、器件、组件和/或它们的组合。

[0028] 第一方面,一种绿色安全高效连续化生产2,4-二硝基氯苯的系统,包括配料装置、微筛孔反应器、熟化器、冷却装置、分相装置、有机相处理装置、无机相处理装置,配料装置与微筛孔反应器连接,微筛孔反应器依次与熟化器、冷却装置、分相装置连接,分相装置分别与有机相处理装置、无机相处理装置连接,无机相处理装置包括依次连接的萃取装置、废酸处理装置,萃取装置与分相装置连接,有机相处理装置包括依次连接的洗涤装置、结晶装置,洗涤装置与分相装置连接,有机相处理装置与配料装置连接。

[0029] 所述系统实现了2,4-二硝基氯苯的连续化生产,氯苯和硫硝混酸通过连续进料,然后再微筛孔反应器中进行连续反应,连续得到产物,经过连续的冷却、分相、洗涤、萃取、结晶等实现产物的不断生产、分离,然后酸性氯苯、有机相溶液回用。

[0030] 通过静态混合器进行物料的配制,有助于进行进料的比例控制。实现连续的进料。

[0031] 在本发明的一些实施方式中,配料装置包括混酸装置和有机相配料装置,混酸装置和有机相配料装置分别与微筛孔反应器连接。

[0032] 在本发明的一些实施方式中,混酸装置包括稀硫酸缓存罐、浓硝酸缓冲罐、静态混合器、混酸进料罐,稀硫酸缓存罐、浓硝酸缓冲罐分别与静态混合器连接,静态混合器与混酸进料罐连接,混酸进料罐与微筛孔反应器连接。

[0033] 在本发明的一些实施方式中,有机相配料装置包括氯苯缓存罐、有机相缓冲罐、静态混合器、有机相进料罐,氯苯缓存罐、有机相缓冲罐分别与静态混合器连接,静态混合器与有机相进料罐连接。

[0034] 在本发明的一些实施方式中,配料装置与微筛孔反应器连接的管道上设置计量泵。通过计量泵进行加料,有助于进行连续进料,提高了反应的可控性,同时提高了反应的安全性。

[0035] 在本发明的一些实施方式中,有机相处理装置还包括有机相储罐、粗产品收集装置、洗涤水收集装置,有机相储罐与分相装置连接,有机相储罐与洗涤装置连接,洗涤装置分别与粗产品收集装置、洗涤水收集装置连接。

[0036] 在本发明的一些实施方式中,有机相储罐与有机相缓冲罐连接。

[0037] 在本发明的一些实施方式中,无机相处理装置还包括无机相储罐、废酸储罐、酸性氯苯储罐、回收硫酸储罐、回收硝酸储罐,无机相储罐与分相装置连接,萃取装置分别与酸性氯苯储罐、废酸储罐连接,废酸储罐与废酸浓缩装置连接,废酸浓缩装置分别与回收硫酸储罐、回收硝酸储罐连接。

[0038] 在本发明的一些实施方式中,酸性氯苯储罐与氯苯缓存罐连接。

[0039] 在本发明的一些实施方式中,冷却装置与结晶装置连接。利用冷却过程中产生的热水作为热源,减少能源消耗。

[0040] 在本发明的一些实施方式中,萃取装置为超重力反应装置。超重力反应装置通过高速的旋转产生的离心力,来加速分离过程。

[0041] 第二方面,利用绿色安全高效连续化生产2,4-二硝基氯苯的系统进行2,4-二硝基氯苯绿色安全高效连续化生产的方法,具体步骤为:

- [0042] 硫酸溶液和浓硝酸溶液通过静态混合器进行混合后进入到混酸进料罐中；
- [0043] 氯苯和有机相混合溶液通过静态混合器进行混合后进入到有机相进料罐中；
- [0044] 混酸和有机相溶液同时进入到微筛孔反应器中进行反应，反应产物直接进入到冷却装置中进行冷却，冷却后的物料进入到分相装置中进行分相；
- [0045] 分相后得到的有机相经过洗涤得到粗产品和洗涤水，粗产品通过结晶处理得到2,4-二硝基氯苯和2,6-二硝基氯苯；
- [0046] 分相后的无机相利用氯苯进行萃取得到废酸和酸性氯苯；
- [0047] 得到的废酸通过浓缩得到回收的硫酸和硝酸。
- [0048] 硝化反应中采用了微筛孔反应器技术，利用微筛孔通道进行反应，实现了进料比例的精确控制，实现了自动化安全高效运行。
- [0049] 使用氯苯作为废酸的萃取剂，既减少了外源萃取剂的引入和回收的能耗，又将废酸中残余的少量硝酸进行反应后生产硝基氯苯，实现了硝酸的全部回用。
- [0050] 在本发明的一些实施方式中，硫酸溶液的浓度为92-93%，硝酸溶液的浓度为90-97%。
- [0051] 在本发明的一些实施方式中，混酸中硫酸和硝酸的质量比为5:1-10:1，硝酸和氯苯的摩尔比为2.05~2.15/1。
- [0052] 在本发明的一些实施方式中，有机相溶液与氯苯的质量比=0.5/1~1/1。
- [0053] 在本发明的一些实施方式中，有机相溶液为经过分相后得到的有机相混合物，有机相混合物中包括2,4-二硝基氯苯和2,6-二硝基氯苯。加入有机相溶液与氯苯共同加入到微筛孔反应器中，有机相溶液作为热载体，避免氯苯和硝酸反应的过程中进行冷却。
- [0054] 在本发明的一些实施方式中，微筛孔反应器的进料温度为25-35度，出料温度为125-140度。
- [0055] 通过调节硫酸/硝酸的质量比、回用油相和氯苯的质量比，来调节微筛孔反应器反应温度，使其保持在125~140℃之间，既保证了反应效率最大，又保证了反应的选择性(2,4与2,6-二硝基氯苯的比例)最佳，整个生产过程中无三硝基氯苯等高爆炸危险产生；还杜绝了外加冷媒的换热，使硝化反应体系实现了绝热硝化，保证了体系的本质安全，减少了反应控制过程。
- [0056] 在本发明的一些实施方式中，熟化器的进料中，进料的物料中二硝基氯苯占比97.9~98.5%，氯苯的转化率为98.2~99.5%，熟化器的出料中，二硝基氯苯占比99-99.8%，2,4二硝基氯苯/2,6二硝基氯苯的摩尔比=97.5~98.5/1.5~2，氯苯的转化率为100%。设置熟化器，有助于实现氯苯的完全转化，提高2,4二硝基氯苯的产率。
- [0057] 在本发明的一些实施方式中，分相后，有机相的洗涤温度和结晶的温度分别为80~85℃和80~95℃。
- [0058] 在本发明的一些实施方式中，分相后，无机相萃取中氯苯和废酸的质量比和有机相洗涤中洗涤水和有机相溶液的质量比分别为1/10~1/20。
- [0059] 在本发明的一些实施方式中，冷却后，物料的温度为80~85℃。
- [0060] 在本发明的一些实施方式中，废酸浓缩过程中通过蒸发浓缩的方法进行废酸的回收，回收得到的硫酸的浓度为91.5~92.5%，回收得到的硝酸的浓度为85-95%。通过废酸浓缩的处理步骤使硫酸和硝酸都进行了回收利用，实现了绿色化生产，减少了氮氧化物的

排放,实现了系统内的氮平衡。废酸浓缩后得到的少量废水,通过生化处理后达标排放,大幅度减少了外排废水的治理难度。

[0061] 在本发明的一些实施方式中,萃取通过离心萃取的方法进行,萃取的温度为65-80度。实现了自动连续化高效运行。既提高了萃取效率,又保证了残余硝酸与氯苯反应的效率,减少了废酸中硝酸的残余量,减少氮氧化物废气排放和废酸浓缩难度。下面结合实施例对本发明进一步说明

[0062] 实施例1

[0063] 如图1所示,左上角四条横线从上到下分别代表循环进水、循环出水、蒸汽、尾气。

[0064] 一种绿色安全高效连续化生产2,4-二硝基氯苯的系统,包括配料装置、微筛孔反应器8、熟化器10、冷却装置11、分相装置12、有机相处理装置、无机相处理装置,配料装置与微筛孔反应器8连接,微筛孔反应器8依次与熟化器10、冷却装置11、分相装置12连接,分相装置12分别与有机相处理装置、无机相处理装置连接,无机相处理装置包括依次连接的萃取装置、废酸处理装置,萃取装置与分相装置连接,有机相处理装置包括依次连接的洗涤装置、结晶装置,洗涤装置与分相装置连接,有机相处理装置与配料装置连接。

[0065] 微筛孔反应器8为专利CN 101224405(一种带有微筛孔结构的反应器或混合器)中记载的微筛孔反应器结构。利用微筛孔反应器的结构实现提高原料的接触效果。然后通过和熟化器的配合,实现2,4-二硝基氯苯的连续产出。

[0066] 配料装置包括混酸装置和有机相配料装置,混酸装置和有机相配料装置分别与微筛孔反应器连接。

[0067] 混酸装置包括稀硫酸缓存罐1、浓硝酸缓冲罐2、静态混合器3、混酸进料罐4,稀硫酸缓存罐1、浓硝酸缓冲罐2分别与静态混合器3连接,静态混合器3与混酸进料罐4连接,混酸进料罐与微筛孔反应器连接。

[0068] 有机相配料装置包括氯苯缓存罐5、有机相缓冲罐6、静态混合器3、有机相进料罐7,氯苯缓存罐5、有机相缓冲罐6分别与静态混合器3器连接,静态混合器3与有机相进料罐7连接。

[0069] 有机相储罐与有机相缓冲罐连接。有机相储罐中得到的有机相溶液作为原料加入到反应过程中,作为热载体,避免外加冷却装置,彻底杜绝因冷却介质停止或不足造成的反应体系飞温,引起的爆炸等不安全因素。

[0070] 有机相和无机相分别通过静态混合器进行配料和混合,实现物料静态混合进料,实现实时控制进料的比例。

[0071] 配料装置与微筛孔反应器8连接的管道上设置计量泵9。通过计量泵精确控制进入微筛孔反应器8的物料,使得到的产品的产率和纯度的稳定。

[0072] 有机相处理装置还包括有机相储罐13、粗产品收集装置17、洗涤水收集装置16,有机相储罐13与分相装置12连接,有机相储罐13与洗涤装置15连接,洗涤装置15分别与粗产品收集装置17、洗涤水收集装置16连接。

[0073] 无机相处理装置还包括无机相储罐14、废酸储罐20、酸性氯苯储罐21、回收硫酸储罐23、回收硝酸储罐24,无机相储罐与分相装置连接,萃取装置分别与酸性氯苯储罐、废酸储罐连接,废酸储罐与废酸浓缩装置22连接,废酸浓缩装置22分别与回收硫酸储罐、回收硝酸储罐连接。



[0074] 酸性氯苯储罐21与氯苯缓存罐5连接。氯苯进行回用,有助于进一步实现绿色化生产。

[0075] 冷却装置11与结晶装置18连接。减少能源的损耗。

[0076] 实施例2

[0077] 硫酸溶液的浓度为92%,将硫酸溶液降温到50℃以下时,发烟硝酸和浓硝酸溶液通过静态混合器进行混合后进入到混酸进料罐中,混酸中硫酸和硝酸的质量比为7:1;

[0078] 氯苯和有机相混合溶液通过静态混合器进行混合后进入到有机相进料罐中,有机相配置釜温度保持在41℃,防止温度降低,有机物固体析出。;

[0079] 混酸和有机相溶液同时进入到微筛孔反应器中进行反应,微筛孔反应器的进料温度为28度,出料温度为135度。反应产物直接进入到冷却装置中进行冷却到85℃,冷却后的物料进入到分相装置中进行分相;

[0080] 分相后得到的有机相经过洗涤得到粗产品和洗涤水,粗产品通过结晶(86度)处理得到2,4-二硝基氯苯和2,6-二硝基氯苯;

[0081] 分相后的无机相利用氯苯进行萃取得到废酸和酸性氯苯,萃取温度为75度;无机相萃取中氯苯和废酸的质量比和有机相洗涤中洗涤水和有机相溶液的质量比分别为1/14;

[0082] 得到的废酸通过浓缩得到回收的硫酸和硝酸,回收得到的硫酸的浓度为91.5%,回收得到的硝酸的浓度为90%,得到的废酸回用到原料的配料过程中。

[0083] 二硝基氯苯占比99.5%,2,4二硝基氯苯/2,6二硝基氯苯的摩尔比=98/2。

[0084] 实施例3

[0085] 硫酸溶液的浓度为93%,将硫酸溶液降温到50℃以下时,发烟硝酸和浓硝酸溶液通过静态混合器进行混合后进入到混酸进料罐中,混酸中硫酸和硝酸的质量比为7:1;

[0086] 氯苯和有机相混合溶液通过静态混合器进行混合后进入到有机相进料罐中,有机相配置釜温度保持在43℃,防止温度降低,24DNC(2,4-二硝基氯苯)固体析出。;

[0087] 混酸和有机相溶液同时进入到微筛孔反应器中进行反应,微筛孔反应器的进料温度为30度,出料温度为128度。反应产物直接进入到冷却装置中进行冷却到90℃,冷却后的物料进入到分相装置中进行分相;

[0088] 分相后得到的有机相经过洗涤得到粗产品和洗涤水,粗产品通过结晶(86度)处理得到2,4-二硝基氯苯和2,6-二硝基氯苯;

[0089] 分相后的无机相利用氯苯进行萃取得到废酸和酸性氯苯,萃取温度为65度;无机相萃取中氯苯和废酸的质量比和有机相洗涤中洗涤水和有机相溶液的质量比分别为1/16;

[0090] 得到的废酸通过浓缩得到回收的硫酸和硝酸,回收得到的硫酸的浓度为92.5%,回收得到的硝酸的浓度为92%,得到的废酸回用到原料的配料过程中。

[0091] 二硝基氯苯占比99.6%,2,4二硝基氯苯/2,6二硝基氯苯的摩尔比=98.5/1.5。

[0092] 以上所述仅为本发明的优选实施例而已,并不用于限制本发明,对于本领域的技术人员来说,本发明可以有各种更改和变化。凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

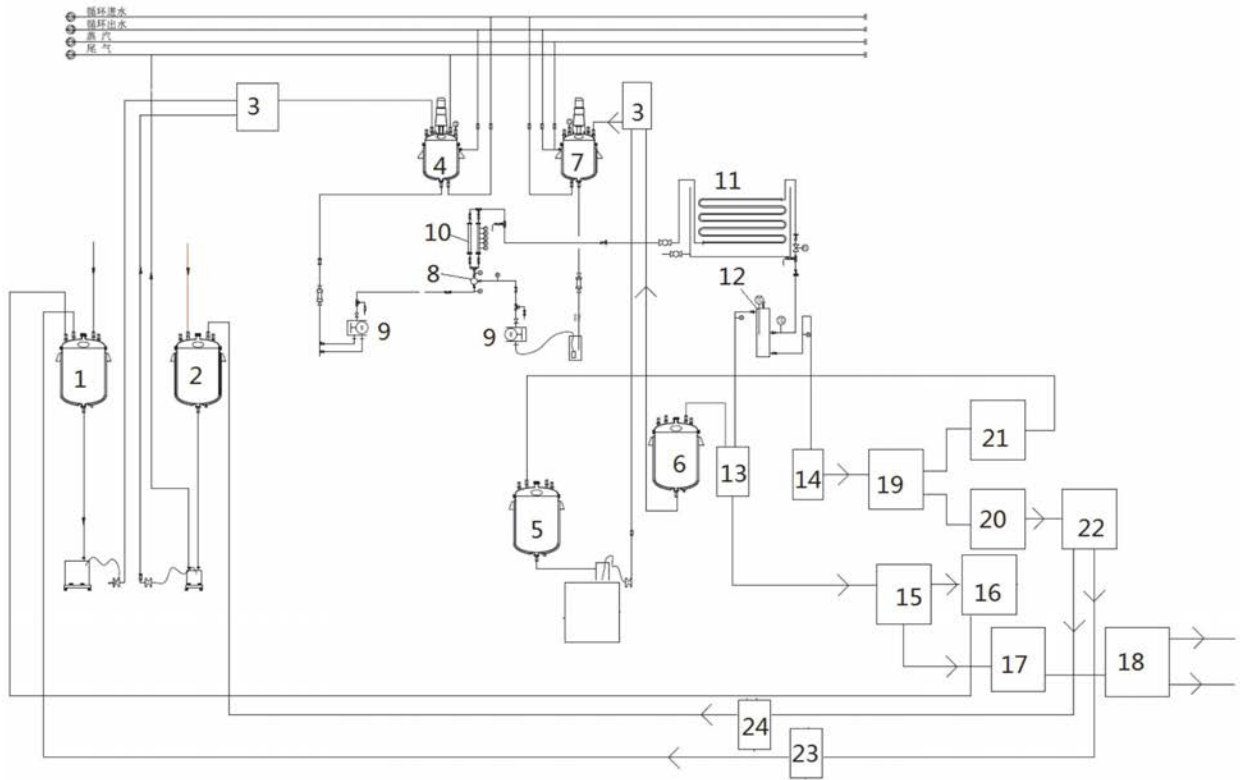


图1