



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102675127 A

(43) 申请公布日 2012. 09. 19

(21) 申请号 201210165755. 8

(22) 申请日 2012. 05. 25

(71) 申请人 山东沾化天九化工有限公司

地址 256800 山东省滨州市沾化县城北工业
园

(72) 发明人 张玉吉 张金河 王亚 席庆银
张广霖

(74) 专利代理机构 济南泉城专利商标事务所
37218

代理人 张贵宾

(51) Int. Cl.

C07C 211/52(2006. 01)

C07C 209/36(2006. 01)

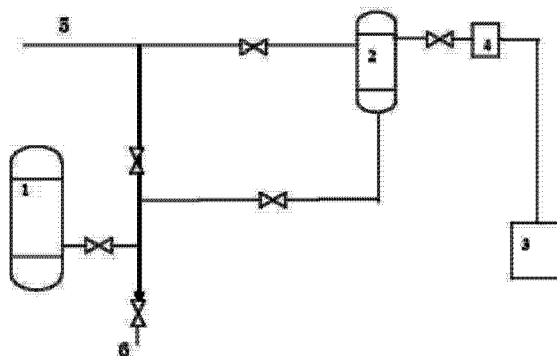
权利要求书 1 页 说明书 2 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种无溶剂生产 3, 4- 二氯苯胺的方法及装置

(57) 摘要

本发明属于化工生产领域, 特别公开了一种无溶剂生产 3, 4- 二氯苯胺的方法及装置。本发明以 3, 4- 二氯硝基苯为原料, 在 3, 4- 二氯硝基苯中添加助剂和新型催化剂, 于一定压力和温度下通入氢气在氢化釜内连续反应, 反应后的氢化液通过过滤器收集入氢化液槽内; 过滤后的催化剂通过过滤器反吹进入氢化釜重新使用。本发明工艺操作简单、生产成本低, 自控水平高, 产品收率高、质量好, 副反应很吵, 反应条件温和, 安全性得到保障, 工人劳动强度低, 适于广泛推广应用。



1. 一种无溶剂生产 3,4-二氯苯胺的方法,以 3,4-二氯硝基苯为原料,其特征在于:在 3,4-二氯硝基苯中添加吗啉和重量份数为 1% 的铂炭催化剂,于 0.5~0.7M 压力、95~105℃ 温度下通入氢气在氢化釜内连续反应,反应后的氢化液通过过滤器收集入氢化液槽内;过滤后的催化剂通过过滤器反吹进入氢化釜重新使用。

2. 根据权利要求 1 所述的无溶剂生产 3,4-二氯苯胺的方法,其特征在于:所述氢化釜在投料前,向其中加入防脱氯抑制剂。

3. 根据权利要求 1 所述的无溶剂生产 3,4-二氯苯胺的方法,其特征在于:所述过滤器的过滤和再生均在微正压下进行。

4. 根据权利要求 1 所述的无溶剂生产 3,4-二氯苯胺的装置,其特征在于:包括连通氢气进管(5)的磁力氢化釜(1),氢化釜(1)、氢气进管(5)均与过滤器(2)连通,过滤器(2)与沉降槽(3)连通。

5. 根据权利要求 4 所述的无溶剂生产 3,4-二氯苯胺的装置,其特征在于:所述过滤器(2)与沉降槽(3)的连通管道上安装有管道视镜(4)。

6. 根据权利要求 4 所述的无溶剂生产 3,4-二氯苯胺的装置,其特征在于:所述氢化釜(1)底部安装有取样口(6)。

7. 根据权利要求 4 所述的无溶剂生产 3,4-二氯苯胺的装置,其特征在于:所述过滤器滤芯(2)为金属粉末烧结滤芯,过滤方式为滤管内过滤。

一种无溶剂生产 3, 4- 二氯苯胺的方法及装置

[0001] (一) 技术领域

本发明属于化工生产领域,特别涉及一种无溶剂生产 3, 4- 二氯苯胺的方法及装置。

[0002] (二) 背景技术

随着改革开放,国民经济迅速发展,医药、燃料、农药、日用化工等精细化工行业在规模数量上已跻身世界大国行列,但技术水平与发达国家尚有较大的差距,产品质量不高,物耗与能耗较高,特别是三废治理不完善,严重制约了精细化工的进一步发展。近几年我国催化加氢技术在技术开发与推广使用上都有了重大突破,催化加氢技术不仅仅在石油化工、石油炼制上得到广泛的应用,在精细化工上也得到了不断开发和应用。

[0003] 目前,我国许多企业在苯胺生产上仍普遍采用五六十年代的铁粉、硫化碱、水合肼等还原方法和加氢还原法组织生产,前者因污染严重目前逐步淘汰,后者生产工艺比较先进,但使用甲醇等作溶剂反应过程中需滴加硝基物,通过反应颜色控制反应效果,经常出现因颜色判定不准影响反应效果的现象,影响单釜负荷的提升;另外反应釜内有甲醇、氢气存在且操作压力在 1.0Mpa 以上操作安全系数增大,反应后加氢液需通过精馏塔将甲醇提出,造成消耗成本增加。

[0004] (三) 发明内容

本发明为了弥补现有技术的不足,提供了一种工艺操作简单、生产成本低的无溶剂生产 3, 4- 二氯苯胺的方法和装置。

[0005] 本发明是通过如下技术方案实现的:

一种无溶剂生产 3, 4- 二氯苯胺的方法,以 3, 4- 二氯硝基苯为原料,其特征在于:在 3, 4- 二氯硝基苯中添加吗啉和重量份数为 1% 的铂炭催化剂,于 0.5~0.7M 压力、95~105℃ 温度下通入氢气在氢化釜内连续反应,反应后的氢化液通过过滤器收集入氢化液槽内,过滤后的催化剂通过过滤器反吹进入氢化釜重新使用。

[0006] 本发明的催化剂改型后,强度较高,不会因反应釜搅拌问题造成催化剂流失,延长催化剂使用寿命,在催化反应过程中除生产产物和水外,不会生产其他副产物,具有很好的经济性;反应物无需添加溶剂,减少因溶剂占用氢化釜利用空间,提高反应釜利用率;同时新型催化剂及生产工艺不会因无氧浓度高低影响催化剂活性,节省了溶剂精馏装置。

[0007] 本发明的更优方案为:

为防止反应过程中出现脱氯现象,所述氢化釜在投料前,向其中加入防脱氯抑制剂,确保反应后加氢液脱氯量控制在千分之一以下,解决反应过程中因严重脱氯造成对设备的腐蚀。

[0008] 所述过滤器的过滤和再生均在微正压下进行,使用氢气将过滤器内催化剂反吹到氢化釜底部重新使用,降低氢气消耗。

[0009] 本发明所述的无溶剂生产 3, 4- 二氯苯胺的装置,包括连通氢气进管的磁力氢化釜,氢化釜、氢气进管均与过滤器连通,过滤器与沉降槽连通。

[0010] 所述过滤器与沉降槽的连通管道上安装有管道视镜,便于及时掌握管道内流体的

情况,达到及时反馈反应信息的目的。

[0011] 所述氢化釜底部安装有取样口,便于取样和排出釜底废料。

[0012] 所述过滤器滤芯为金属粉末烧结滤芯,过滤方式为滤管内过滤,解决了过滤存在的问题。

[0013] 本发明工艺操作简单、生产成本低,自控水平高,产品收率高、质量好,副反应很少,反应条件温和,安全性得到保障,工人劳动强度低,适于推广应用。

[0014] (四)附图说明

下面结合附图对本发明作进一步的说明。

[0015] 图1为本发明的结构示意图。

[0016] 图中,1 氢化釜,2 过滤器,3 沉降槽,4 管道视镜,5 氢气进管,6 取样口。

[0017] (五)具体实施方式

图1为本发明的一种具体实施例。该实施例包括连通氢气进管5的磁力氢化釜1,氢化釜1、氢气进管5均与过滤器2连通,过滤器2与沉降槽3连通;所述过滤器2与沉降槽3的连通管道上安装有管道视镜4;所述氢化釜1底部安装有取样口6。

[0018] 在投料前,向氢化釜1中加入防脱氯抑制剂,然后向氢化釜1中投放3,4-二氯硝基苯、吗啉和重量份数为1%的铂炭催化剂,于一定压力和温度下通入氢气,在氢化釜内连续反应,氢化合格后混合液通过过滤器2过滤催化剂,滤出液通过管道视镜4进一步确认催化剂过滤效果;合格的过滤液进入沉降槽3进行分水,过滤后的催化剂通过过滤器2反吹进入氢化釜1重新使用;所述过滤器2的过滤和再生均在微正压下进行。

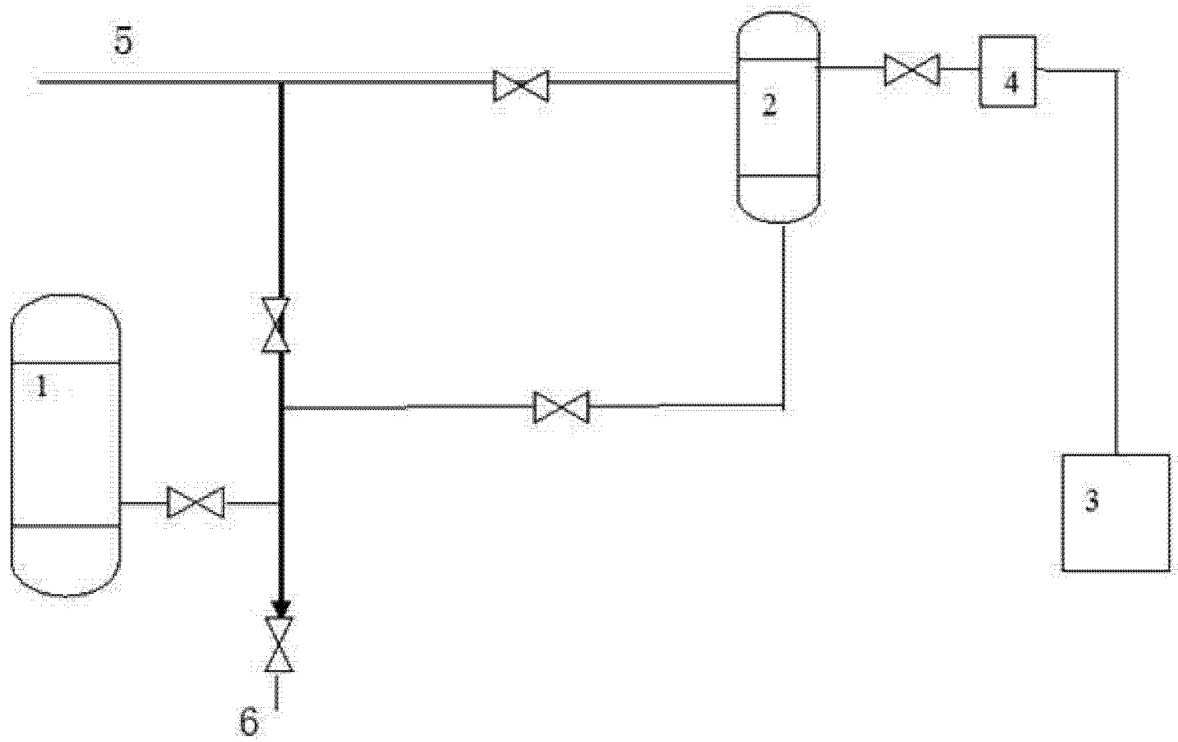


图 1