



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 113731320 B

(45) 授权公告日 2023. 11. 21

(21) 申请号 202111163590.6

B01D 3/14 (2006.01)

(22) 申请日 2021.09.30

B01D 3/32 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

C07C 68/06 (2020.01)

申请公布号 CN 113731320 A

C07C 68/08 (2006.01)

C07C 69/96 (2006.01)

(43) 申请公布日 2021.12.03

(56) 对比文件

(73) 专利权人 沈阳工业大学

CN 216419333 U, 2022.05.03

地址 110870 辽宁省沈阳市经济技术开发区沈辽西路111号

CN 112479883 A, 2021.03.12

CN 107417534 A, 2017.12.01

(72) 发明人 王德喜 崔玮琳 王猛 高倩楠
刘文涛 范丽华 刘波

US 2007197802 A1, 2007.08.23

CN 113387811 A, 2021.09.14

CN 201529413 U, 2010.07.21

(74) 专利代理机构 沈阳东大知识产权代理有限公司 21109

审查员 左一茗

专利代理师 徐笑阳

(51) Int. Cl.

B01J 19/00 (2006.01)

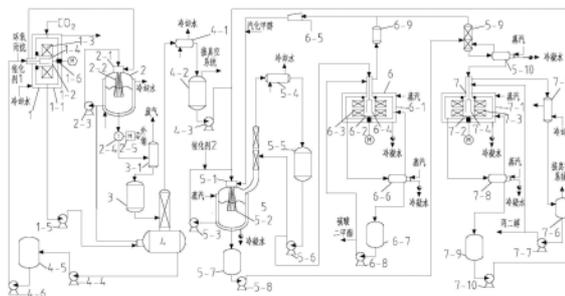
权利要求书2页 说明书8页 附图1页

(54) 发明名称

一种基于资源化利用的碳酸二甲酯生产装置及方法

(57) 摘要

本发明的一种基于资源化利用的碳酸二甲酯生产装置及方法,属于化工技术领域,所述装置包括超重力反应器、喷射反应器、中间罐、蒸馏釜、酯交换反应釜、超重力精馏机I和二;原料为环氧丙烷(PO)、甲醇、轻烧镁产生的CO₂,经加成反应、蒸馏、酯交换反应、分离得到碳酸二甲酯(DMC);超重力反应器、喷射反应器、超重力精馏机,强化了传热、传质;加成反应热回收热量为蒸馏釜提供热源、精馏分离出的轻组分蒸汽为酯交换反应提供辅助热源,加成反应物流的压力能发电,超重力精馏机节能效果明显,装置综合节能50%;PO转化率大于99.5%,DMC、1,2-丙二醇质量高于工业品国标。本发明工艺成熟,连续操作,自动化程度高,资源循环利用,环境友好,实现了CO₂减排。



1. 一种基于资源化利用的碳酸二甲酯生产装置,其特征在于:一种基于资源化利用的碳酸二甲酯生产装置,包括依次连接的超重力反应器、喷射反应器、中间罐、蒸馏釜、酯交换反应釜、超重力精馏机I;超重力反应器用于原料环氧丙烷PO与CO₂的加成反应,喷射反应器用于反应液继续进行加成反应,加成反应液气液分离后液体碳酸丙烯酯PC进入中间罐,蒸馏釜用于蒸馏液体PC,蒸馏出的PC冷却后进入酯交换反应釜,酯交换反应釜用于进行酯交换反应,酯交换反应釜蒸馏出的轻组分进入超重力精馏机I内,精馏后即得精碳酸二甲酯DMC;其中,喷射反应器、酯交换反应釜内安装的搅拌器均为喷射搅拌器;

所述装置还包括蒸汽压缩机,所述蒸汽压缩机输入、输出端分别连接超重力精馏机I及酯交换反应釜,超重力精馏机I脱出的甲醇MA蒸汽、DMC蒸汽经蒸汽压缩机升压、升温后进入酯交换反应釜。

2. 根据权利要求1所述的一种基于资源化利用的碳酸二甲酯生产装置,其特征在于:超重力反应器反应液出液端连接蒸馏釜内加热管束的进口,内加热管束出口端连接喷射反应器;所述装置还包括催化剂I回收罐,催化剂I回收罐两端分别连接蒸馏釜、超重力反应器,所述催化剂I回收罐用于收集蒸馏釜底采出的液体催化剂I,回收的催化剂I再进入超重力反应器催化加成反应。

3. 根据权利要求1所述的一种基于资源化利用的碳酸二甲酯生产装置,其特征在于:所述装置还包括脱轻塔、超重力精馏机II、催化剂II回收罐;酯交换反应釜下部的重组分进入脱轻塔,脱轻塔顶部连接蒸汽压缩机输入端,脱出的轻组分进入蒸汽压缩机;下部的重组分进入超重力精馏机II,超重力精馏机II用于精馏丙二醇1,2-PG,超重力精馏机II下部采出催化剂II进入催化剂II回收罐,回收的催化剂II再输入酯交换反应釜催化酯交换反应。

4. 一种基于权利要求1~3任意一项所述装置的碳酸二甲酯生产方法,其特征在于:具体包括如下步骤:

(1) 原料PO、CO₂、催化剂I进入超重力反应器内,进行加成反应;

(2) 超重力反应器内排出的反应液进入到喷射反应器内,同时吸入超重力反应器排出的气体继续进行加成反应;

(3) 喷射反应器的加成反应液经气液分离后分离出的液体PC进入中间罐;

(4) 中间罐液体PC进入蒸馏釜,蒸馏出的PC冷却后进入酯交换反应釜;

(5) PC罐的液体PC、催化剂II、进入酯交换反应釜的喷射搅拌器的耦合分配器液体进口,蒸汽压缩机的MA蒸汽、DMC蒸汽,新鲜的汽化MA进入耦合分配器的气体进口,于酯交换反应釜进行酯交换反应;酯交换反应釜蒸馏出的轻组分冷却后进入粗DMC罐;

(6) 粗DMC罐的粗DMC进入酯交换反应釜的分馏柱和超重力精馏机I,超重力精馏机I顶部蒸馏出的MA蒸汽、DMC蒸汽进入蒸汽压缩机;超重力精馏机I再沸器下部采出精DMC。

5. 根据权利要求4所述碳酸二甲酯生产方法,其特征在于:所述方法还包括步骤(7),酯交换反应釜下部的重组分连续进入粗1,2-PG罐,粗1,2-PG罐的粗1,2-PG经粗1,2-PG泵连续进入脱轻塔,脱出的轻组分MA蒸汽、DMC蒸汽进入蒸汽压缩机,脱轻塔再沸器下部的重组分连续进入超重力精馏机II顶部,超重力精馏机II顶部采出精1,2-PG经冷凝器冷却进入精1,2-PG罐,精1,2-PG经精1,2-PG泵部分作为超重力精馏机II顶部回流,部分采出;超重力精馏机II再沸器下部采出PC、1,2-PG和催化剂II进入催化剂II回收罐,经催化剂II回收泵返回酯交换反应釜进行酯交换反应。

6. 根据权利要求5所述碳酸二甲酯生产方法,其特征在于:原料 CO_2 为轻烧氧化镁回收的, CO_2 体积的含量为99.9%, P0 为工业品 P0 , MA 为工业品 MA ,催化剂I、II均为离子液体催化剂;所述超重力反应器、喷射反应器、酯交换反应釜、超重力精馏机I、超重力精馏机II,均采用夹套换热,换热采用的公用工程蒸汽为自备电厂0.4 MPa,230℃的背压蒸汽;公用工程蒸汽主要为超重力精馏机I、超重力精馏机II、脱轻塔提供热源,同时也为超重力反应器、喷射反应器、蒸馏釜提供开车辅助热源,为酯交换反应釜提供辅助热源;超重力反应器热物流可为蒸馏釜提供主要热源; MA 、 DMC 蒸汽进入蒸汽压缩机,经机械蒸汽再压缩(MVR),即压缩机升压、升温成为二次蒸汽,二次蒸汽温度为170℃,压力为0.15MPa的过热蒸汽,二次蒸汽可为酯交换反应釜提供辅助热源。

7. 根据权利要求4所述碳酸二甲酯生产方法,其特征在于:所述步骤(1)中超重力反应器的加成反应温度为190℃~195℃,压力为6.5MPa~7.0MPa,反应时间为0.1h~0.2h, P0 与 CO_2 的摩尔比1:1.3~1:1.5,催化剂I的用量为总原料质量1%~2%;所述步骤(2)中喷射反应器的反应温度为195℃~200℃,压力为6.0MPa~6.5MPa,加成反应时间为0.9h~1h;超重力反应器内排出的反应液经出料泵加热蒸馏釜,降温后连续进入到喷射反应器,同时吸入超重力反应器排出的气体 P0 及 CO_2 继续进行加成反应。

8. 根据权利要求4所述碳酸二甲酯生产方法,其特征在于:所述步骤(3)中间罐的温度为140℃~145℃,压力为0.20MPa~0.25MPa,停留时间为2h~2.5h;喷射反应器的反应液连续进入透平机,带动发电机发电,回收压力能;从透平机出来的加成反应液经气液分离罐,分离出气体 P0 和 CO_2 进入废气处理系统;气液分离罐分离出的液体 PC 进入中间罐;所述步骤(4)蒸馏釜的温度为150℃~155℃,真空度为-0.095MPa~-0.098MPa,收集135℃~140℃的馏分;中间罐液体 PC 连续进入蒸馏釜,蒸馏出的 PC 经冷凝器冷却进入 PC 罐, PC 罐的液体经 PC 泵连续进入酯交换反应釜;蒸馏釜底采出的是液体催化剂I,经蒸馏釜底泵进入催化剂I回收罐,回收催化剂I经催化剂I回收泵连续进入超重力反应器。

9. 根据权利要求4所述碳酸二甲酯生产方法,其特征在于:所述步骤(5)酯交换反应釜的温度为75℃~78℃,蒸馏塔顶温度为64℃~66℃,回流比为3~4,压力为常压,停留时间1.5h~2h; MA 与 PC 摩尔比为4:1~4.4:1,催化剂II的用量为总物料质量的0.05%~0.1%;所述步骤(6)超重力精馏机I的温度为180℃~185℃,馏出温度为137℃~139℃,压力为1.0MPa~1.02MPa,回流比为2~2.2,超重力因子为40~41;粗 DMC 罐内的粗 DMC 经粗 DMC 泵,连续进入超重力精馏机I顶部,超重力精馏机I顶部有来自精 DMC 泵的精 DMC 作为回流,顶部蒸馏出的 MA 、 DMC 进入缓冲罐,再进入蒸汽经压缩机。

10. 根据权利要求5所述碳酸二甲酯生产方法,其特征在于:所述步骤(7)超重力精馏机II的温度为180℃~185℃,馏出温度为130℃~132℃,真空度为-0.095MPa~-0.090MPa,回流比为1.5~1.6,超重力因子为40~41。

一种基于资源化利用的碳酸二甲酯生产装置及方法

技术领域

[0001] 发明属于化工技术领域,具体涉及一种基于资源化利用的碳酸二甲酯生产装置及方法。

背景技术

[0002] 碳酸二甲酯生产方法一般是光气法、甲醇氧化碳基化法和酯交换法。由于光气法是以剧毒的光气为主要原料,现已基本上淘汰,其余两种方法成为合成DMC的主要方法。联产1,2-丙二醇酯交换法合成DMC技术,近年来得到了很快的发展。本工艺进一步开发关键:一是认为酯交换为可逆反应,转化率较低;二是分离、精制塔构型和萃取剂的筛选,对提高产品纯度非常重要;三是加成反应放热没有很好的加以利用,分离、精制阶段能耗大,能耗的增加导致成本上升,不利于工业化生产。

[0003] 本领域急于寻找一种低能耗的制备DMC工艺技术,其能克服上述技术问题。

发明内容

[0004] 针对上述工程问题和市场需求,为了克服现有技术中存在的问题,本发明提供一种基于资源化利用的碳酸二甲酯生产装置及方法,本发明工艺流程简单,连续操作,自动化程度高,资源循环利用,环境友好,同时采用先进的超重力反应器、超重力精馏机、喷射搅拌反应器、MVR等装备,DMC采用超重力精馏机加压直接精馏取代了萃取精馏,用以实现合成DMC过程中资源的合理利用,回收加成反应热能和压力能,利用MVR技术回收分离、精制过程产生的热量,大幅度降低了能耗。

[0005] 为实现上述目的,本发明采用以下技术方案:

[0006] 一种基于资源化利用的碳酸二甲酯生产装置,包括依次连接的超重力反应器、喷射反应器、中间罐、蒸馏釜、酯交换反应釜、超重力精馏机I;超重力反应器用于原料PO(环氧丙烷)与CO₂的加成反应,喷射反应器用于反应液继续进行加成反应,加成反应液气液分离后液体PC(碳酸丙烯酯)进入中间罐,蒸馏釜用于蒸馏液体PC,蒸馏出的PC冷却后进入酯交换反应釜,酯交换反应釜用于进行酯交换反应,酯交换反应釜蒸馏出的轻组分进入超重力精馏机I内,精馏后即得精DMC(碳酸二甲酯);其中,喷射反应器、酯交换反应釜内安装的搅拌器均为喷射搅拌器;

[0007] 所述装置还包括蒸汽压缩机,所述蒸汽压缩机输入、输出端分别连接超重力精馏机I及酯交换反应釜,超重力精馏机I脱出的MA(甲醇)蒸汽、DMC蒸汽经蒸汽压缩机升压、升温后进入酯交换反应釜。

[0008] 进一步地,所述超重力反应器反应液出液端连接蒸馏釜内加热管束的进口,内加热管束出口端连接喷射反应器;所述装置还包括催化剂I回收罐,催化剂I回收罐两端分别连接蒸馏釜、超重力反应器1,所述催化剂I回收罐用于收集蒸馏釜底采出的液体催化剂I,回收的催化剂I再进入超重力反应器1催化加成反应。

[0009] 进一步地,所述装置还包括脱轻塔、超重力精馏机II、催化剂II回收罐;酯交换反

应釜下部的重组分进入脱轻塔,脱氢塔顶部连接蒸汽压缩机输入端,脱出的轻组分进入蒸汽压缩机;下部的重组分进入超重力精馏机II7,重力精馏机II用于精馏1,2-PG(丙二醇),超重力精馏机II下部采出催化剂II进入催化剂II回收罐,回收的催化剂II再输入酯交换反应釜催化酯交换反应。

[0010] 本发明还提供了一种基于上述装置的碳酸二甲酯生产方法,具体包括如下步骤:

[0011] (1) 原料PO、CO₂、催化剂I进入超重力反应器内,进行加成反应;

[0012] (2) 超重力反应器内排出的反应液进入到喷射反应器内,同时吸入超重力反应器排出的气体继续进行加成反应;

[0013] (3) 喷射反应器的加成反应液经气液分离后分离出的液体PC进入中间罐;

[0014] (4) 中间罐液体PC进入蒸馏釜,蒸馏出的PC冷却后进入酯交换反应釜;

[0015] (5) PC罐的液体PC、催化剂II、进入酯交换反应釜的喷射搅拌器的耦合分配器液体进口,蒸汽压缩机的MA蒸汽、DMC蒸汽,新鲜的汽化MA进入耦合分配器的气体进口,于酯交换反应釜进行酯交换反应;酯交换反应釜蒸馏出的轻组分(MA、DMC)冷却后进入粗DMC罐;

[0016] (6) 粗DMC罐的粗DMC进入酯交换反应釜的分馏柱(作为回流)和超重力精馏机I,超重力精馏机I顶部蒸馏出的MA蒸汽、DMC蒸汽进入蒸汽压缩机;超重力精馏机I再沸器下部采出精DMC。

[0017] 进一步地,所述方法还包括步骤(7),酯交换反应釜下部的重组分(MA、DMC、丙二醇、PC、催化剂II)连续进入粗1,2-PG罐,粗1,2-PG罐的粗1,2-PG经粗1,2-PG泵连续进入脱轻塔,脱出的轻组分MA蒸汽、DMC蒸汽进入蒸汽压缩机,脱轻塔再沸器下部的重组分连续进入超重力精馏机II顶部,超重力精馏机II顶部采出精1,2-PG经冷凝器冷却进入精1,2-PG罐,精1,2-PG经精1,2-PG泵部分作为超重力精馏机II顶部回流,部分采出;超重力精馏机II再沸器下部采出PC、1,2-PG和催化剂II进入催化剂II回收罐,经催化剂II回收泵返回酯交换反应釜进行酯交换反应。

[0018] 进一步地,原料CO₂为轻烧氧化镁回收的,CO₂体积的含量为99.9%,PO为工业品PO,MA为工业品MA,催化剂I、II均为离子液体催化剂;所述超重力反应器、喷射反应器、酯交换反应釜、超重力精馏机I、超重力精馏机II,均采用夹套换热,换热采用的公用工程蒸汽为自备电厂0.4MPa,230℃的背压蒸汽;公用工程蒸汽主要为超重力精馏机I、超重力精馏机II、脱轻塔提供热源,同时也为超重力反应器、喷射反应器、蒸馏釜4提供开车辅助热源,为酯交换反应釜5提供辅助热源;超重力反应器热物流可为蒸馏釜4提供主要热源;MA、DMC蒸汽进入蒸汽压缩机,经机械蒸汽再压缩(MVR),即压缩机升压、升温成为二次蒸汽,二次蒸汽温度为170℃,压力为0.15MPa的过热蒸汽,二次蒸汽可为酯交换反应釜提供辅助热源。

[0019] 进一步地,所述步骤(1)中超重力反应器的加成反应温度为190℃~195℃,压力为6.5MPa~7.0MPa,反应时间为0.1h~0.2h,PO与CO₂的摩尔比1:1.3~1:1.5,催化剂I的用量1%~2%(按原料总质量计)。

[0020] 进一步地,所述步骤(2)中喷射反应器的反应温度为195℃~200℃,压力为6.0MPa~6.5MPa,加成反应时间为0.9h~1h;超重力反应器内排出的反应液经出料泵加热蒸馏釜,降温后连续进入到喷射反应器,同时吸入超重力反应器排出的气体PO及CO₂继续进行加成反应。

[0021] 进一步地,所述步骤(3)中间罐的温度为140℃~145℃,压力为0.20MPa~

0.25MPa,停留时间为2h~2.5h;喷射反应器的反应液连续进入透平机,带动发电机发电,回收压力能;从透平机出来的加成反应液经气液分离罐,分离出气体P0和CO₂进入废气处理系统;气液分离罐分离出的液体PC进入中间罐。

[0022] 进一步地,所述步骤(4)蒸馏釜的温度为150℃~155℃,真空度为-0.095MPa~-0.098MPa,收集135℃~140℃的馏分;中间罐液体PC连续进入蒸馏釜,蒸馏出的PC经冷凝器冷却进入PC罐,PC罐的液体经PC泵连续进入酯交换反应釜;蒸馏釜底采出的是液体催化剂I,经蒸馏釜底泵进入催化剂I回收罐,回收催化剂I经催化剂I回收泵连续进入超重力反应器。

[0023] 进一步地,所述步骤(5)酯交换反应釜的温度为75℃~78℃,蒸馏塔顶温度为64℃~66℃,回流比为3~4,压力为常压,停留时间1.5h~2h;MA与PC摩尔比为4:1~4.4:1,催化剂II的用量为总物料质量的0.05%~0.1%。

[0024] 进一步地,所述步骤(6)超重力精馏机I的温度为180℃~185℃,馏出温度为137℃~139℃,压力为1.0MPa~1.02MPa,回流比为2~2.2,超重力因子为40~41;粗DMC罐内的粗DMC经粗DMC泵,连续进入超重力精馏机I顶部,超重力精馏机I顶部有来自精DMC泵的精DMC作为回流,顶部蒸馏出的MA、DMC进入缓冲罐,再进入蒸汽经压缩机。

[0025] 进一步地,所述步骤(7)超重力精馏机II的温度为180℃~185℃,馏出温度为130℃~132℃,真空度为-0.095MPa~-0.090MPa,回流比为1.5~1.6,超重力因子为40~41。

[0026] 本发明的一种基于资源化利用的碳酸二甲酯生产装置及方法,与现有技术相比,有益效果为:

[0027] 1、原料CO₂为轻烧氧化镁回收的含量为99.9%(体积),所用公用工程蒸汽为自备电厂的背压蒸汽;喷射反应器压力物流可为发电机的透平机提供压力能源;分离、精制过程产生的MA蒸汽、DMC蒸汽经机械蒸汽再压缩(MVR),二次蒸汽可为酯交换反应釜提供辅助热源;超重力反应器的热物流为蒸馏釜提供热源;资源有效利用,节能,绿色环保。

[0028] 2、两级串联连的加成反应器采用超重力反应器和喷射反应器,强化了传热、传质,提高了气、液混合效果;酯交换反应釜采用喷射搅拌器吸入MA蒸汽、DMC蒸汽,强化了酯交换反应,提高了生产效率;

[0029] 3、DMC采用超重力精馏机加压直接精馏取代了萃取精馏;PG精馏采用超重力精馏机精馏,安全,节能;

[0030] 4、P0转化率大于99.5%,DMC、1,2-PG质量优于工业品国标;本发明工艺成熟,连续操作,自动化程度高,资源循环利用,环境友好,装置综合节能50%,实现了CO₂减排。

附图说明

[0031] 图1为本发明一种基于资源化利用的碳酸二甲酯生产装置示意图;

[0032] 附图标记:1、超重力反应器,1-1、超重力反应器夹套,1-2、转子,1-3、填料,1-4、液体分配器,1-5、出料泵,1-6、机械密封;2、喷射反应器,2-1、喷射搅拌器耦合分配器,2-2、喷射搅拌器射流器,2-3、喷射搅拌器动力流体泵,2-4、透平机,2-5、发电机;3、中间罐,3-1、气液分离罐;4、蒸馏釜,4-1、冷凝器,4-2、PC罐,4-3、PC泵,4-4、蒸馏釜底泵,4-5、催化剂I回收罐,4-6、催化剂I回收泵;5、酯交换反应釜,5-1、喷射搅拌器耦合分配器,5-2、喷射搅拌器射流器,5-3、喷射搅拌器动力流体泵,5-4、冷凝器,5-5、粗DMC罐,5-6、粗DMC泵,5-7、粗1,2-PG

罐,5-8、粗1,2-PG泵,5-9、脱轻塔,5-10、脱轻塔再沸器;6、超重力精馏机I,6-1、超重力精馏机I夹套,6-2、转子,6-3、填料,6-4、液体分配器,6-5、蒸汽压缩机,6-6、超重力精馏机I再沸器,6-7、精DMC罐,6-8、精DMC泵,6-9、缓冲罐;7、超重力精馏机II,7-1、超重力精馏机II夹套,7-2、转子,7-3、填料,7-4、液体分配器,7-5、精1,2-PG冷凝器,7-6、精1,2-PG罐,7-7、精1,2-PG泵,7-8、超重力精馏机II再沸器,7-9、催化剂II回收罐,7-10、催化剂II回收泵。

具体实施方式

[0033] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白,以下结合实施例,对本发明进行进一步详细说明。应当理解,此处所描述的具体实施例仅用以解释本发明,并不用于限定本发明。

[0034] 实施例1

[0035] 如图1所示,本发明提供一种基于资源化利用的碳酸二甲酯生产装置,包括依次连接的超重力反应器1、喷射反应器2、中间罐3、蒸馏釜4、酯交换反应釜5、超重力精馏机I6;超重力反应器1用于原料PO、CO₂、催化剂I的加成反应,喷射反应器2用于反应液继续进行加成反应,加成反应液气液分离后液体PC进入中间罐3,蒸馏釜4用于蒸馏液体PC,蒸馏出的PC冷却后进入酯交换反应釜5,酯交换反应釜5用于PC与催化剂II的酯交换反应,酯交换反应釜蒸馏出的轻组分进入超重力精馏机I内,精馏后即得精DMC;其中,喷射反应器2、酯交换反应釜5内安装的搅拌器均为喷射搅拌器;

[0036] 所述装置还包括蒸汽压缩机6-5,所述蒸汽压缩机输入、输出端分别连接超重力精馏机I6及酯交换反应釜5,将超重力精馏机I脱出的MA(甲醇)蒸汽、DMC蒸汽经蒸汽压缩机升压、升温后进入酯交换反应釜进行酯交换反应,并为酯交换反应提供辅助热源。

[0037] 所述超重力反应器1反应液出液端连接蒸馏釜内加热管束的进口,内加热管束出口端连接喷射反应器2,所述蒸馏釜4以超重力反应器1的反应液为热源,即超重力反应器1内的反应液先流经蒸馏釜4,降温后再进入喷射反应器2内;所述装置还包括催化剂I回收罐4-5,催化剂I回收罐4-5两端分别连接蒸馏釜4、超重力反应器1,所述催化剂I回收罐用于收集蒸馏釜4底采出的液体催化剂I,回收的催化剂I再进入超重力反应器1催化加成反应。

[0038] 所述装置还包括脱轻塔5-9、超重力精馏机II7、催化剂II回收罐7-9;酯交换反应釜5下部的重组分进入脱轻塔,脱轻塔顶部连接蒸汽压缩机输入端,脱出的轻组分进入蒸汽压缩机;下部的重组分进入超重力精馏机II7,超重力精馏机II7用于精馏1,2-PG,超重力精馏机II下部采出的PC、1,2-PG和催化剂II进入催化剂II回收罐7-9,再输入酯交换反应釜5催化酯交换反应。

[0039] 所述超重力精馏机I、II,超重力精馏机由夹套(6-1、7-1)、转子(6-2、7-2)、填料(6-3、7-3)、液体分配器(6-4、7-4)组成,所述超重力反应器1、喷射反应器2、酯交换反应釜5、超重力精馏机I、超重力精馏机II,均采用夹套换热。

[0040] 基于上述装置的碳酸二甲酯生产方法,具体包括如下生产步骤:

[0041] (1) 原料PO液体、轻烧镁回收的CO₂气体、新鲜的液体催化剂I和回收的液体催化剂I连续进入超重力反应器1内,进行加成反应;

[0042] (2) 将超重力反应器1内排出的反应液经加热蒸馏釜4,降温后连续进入到喷射反应器2内,同时吸入超重力反应器1排出的气体继续进行加成反应;

[0043] (3) 喷射反应器2的反应液连续进入透平机2-4,带动发电机2-5发电,回收压力能;从透平机2-4出来的加成反应液经气液分离罐3-1,分离出气体 P_0 和 CO_2 进入废气处理系统;经气液分离罐3-1分离出的液体PC进入中间罐3;

[0044] (4) 中间罐3液体PC连续进入蒸馏釜4,蒸馏出的PC经冷凝器4-1冷却,液体进入PC罐4-2,PC罐4-2的液体经PC泵4-3连续进入酯交换反应釜5;蒸馏釜4底采出的是液体催化剂I,经蒸馏釜底泵4-4进入催化剂I回收罐4-5,回收催化剂I经催化剂I回收泵4-6连续进入超重力反应器1;

[0045] (5) PC罐4-2的液体PC、新鲜液体催化剂II、超重力精馏机II7回收的催化剂II、釜内液体连续进入酯交换反应釜5喷射搅拌器的耦合分配器5-1液体进口,超重力精馏机I6脱出的甲醇(MA)蒸汽、DMC蒸汽,脱轻塔5-9脱出的MA蒸汽、DMC蒸汽,新鲜的汽化MA由喷射搅拌器动力流体泵5-3驱动动力流体连续吸入耦合分配器5-1的气体进口进入酯交换反应釜5进行酯交换反应;酯交换反应釜5蒸馏出的轻组分(MA、DMC)经冷凝器5-4冷却进入粗DMC罐5-5,酯交换反应釜5下部的重组分(MA、DMC、丙二醇、PC、催化剂II)连续进入粗1,2-PG罐5-7;

[0046] (6) 粗DMC经粗DMC泵5-6,连续进入酯交换反应釜5的分馏柱(作为回流)和超重力精馏机I6,超重力精馏机I6顶部有来自精DMC泵6-8的精DMC作为回流,顶部蒸馏出的MA蒸汽、DMC蒸汽进入缓冲罐6-9,MA蒸汽、DMC蒸汽经压缩机6-5机械蒸汽再压缩(MVR),即压缩机升压、升温的二次蒸汽为酯交换反应提供辅助热源;增温增压后的MA蒸汽、DMC蒸汽,经酯交换反应釜5喷射搅拌器耦合分配器5-1吸入酯交换反应釜5进行酯交换反应;超重力精馏机I6再沸器6-6下部采出精DMC进入到精DMC罐6-7;

[0047] (7) 粗1,2-PG罐5-7的粗1,2-PG经粗1,2-PG泵5-8连续进入脱轻塔5-9,脱出的轻组分MA蒸汽、DMC蒸汽进入压缩机6-5,经机械蒸汽再压缩(MVR)升温的二次蒸汽为酯交换反应提供辅助热源;增温增压后的MA、DMC蒸汽经酯交换反应釜5喷射搅拌器耦合分配器5-1吸入酯交换反应釜5,进行酯交换反应;脱轻塔再沸器5-10下部的重组分连续进入超重力精馏机II7顶部,超重力精馏机II7顶部有来自精1,2-PG泵7-7的精1,2-PG作为回流;超重力精馏机II7顶部采出精1,2-PG经冷凝器7-5冷却进入精1,2-PG罐7-6,精1,2-PG经精1,2-PG泵7-7部分作为超重力精馏机II7顶部回流,部分采出;超重力精馏机II7再沸器7-8下部采出PC、1,2-PG和催化剂II进入催化剂II回收罐7-9,经催化剂II回收泵7-10返回酯交换反应釜5喷射搅拌器耦合分配器5-1进行酯交换反应。

[0048] 本发明采用的所述喷射搅拌器由喷射搅拌器射流器(2-2、5-2)和一个喷射搅拌器耦合分配器(2-1、5-1)组成,其中耦合分配器由混合液进入管、混合液分配腔、气体吸入管、气体分配腔等组成;射流器采用文氏管射流原理,由动力流体入口、导流环、动力流体喷嘴、气体吸入口、混合腔、扩散腔、混合液出口组成;运行时循环泵吸取罐内混合液,混合液经泵叶轮升压后,通过混合液进入管泵入混合液分配腔,经分配腔分配后的混合液通过射流器的混合液入口进入到射流器。动力流体经过喷嘴,形成高速流体,此时流体的动能最大,势能最小,被吸入的气体在负压区迅速膨胀并被动力流体打成微小气泡,在混合腔中,气体、液体充分混合,流体在混合区进行强烈的混合搅拌,并且由于能量交换而加速排出,再经过扩压腔将混合液的势能增加到最大值,向射向罐底,混合流体的拖拽作用更加强了混合搅拌效果。气体由喷射混合搅拌器吸入罐内,在喷射混合搅拌器的气液混合腔可以产生300m/s高速射流,有利于气体、液体进行反应;

[0049] 本发明的超重力反应器由超重力反应器夹套1-1、转子1-2、填料1-3、液体分配器1-4、机械密封1-6组成,超重力装备具有特定结构的转子在壳体内高速旋转,气相由径进气口进入壳体,从转子外缘进入转子内,液相由轴向进液口进入转子中心,经液体分配器分配,气液两相在转子内形成比表面积大而又不断更新的气液界面,具有极高的传质速率,节能,耐压。最后气相经出轴向气口离开床体;液相在壳体内收集后由径向出液口引出。

[0050] 本发明所述生产装置开车时,超重力反应器1、喷射反应器2、酯交换反应釜5采用蒸汽通入夹套加热物料,蒸馏釜4采用蒸汽通入内加热管束加热物料,直至整个生产装置正常运行;正常运行后,超重力反应器1、喷射反应器2夹套中通入冷却水以控制反应温度,酯交换反应釜5通过二次蒸气为辅助热源,当二次蒸气不足时,公用工程蒸汽也作为酯交换反应釜5的辅助加热源,蒸馏釜4以超重力反应器1的反应液为热源;本发明中各装置设备通过相应的管线连接,附图1中管线在图上发生交叉而实际并不相交时,按照竖断横不断的原则绘制。

[0051] 实施例2

[0052] 基于实施例1所述装置的碳酸二甲酯生产方法,包括如下步骤:

[0053] (1) 原料CO₂为轻烧氧化镁回收的,CO₂体积的含量为99.9%,工业品PO,工业品MA;超重力反应器1的加成反应温度为190℃,压力为6.5MPa,反应时间为0.2h,PO与CO₂的摩尔比1:1.3,催化剂I的用量2% (按原料总质量计);1742.400kg/h PO液体、1716.371kg/h CO₂气体、69.168kg/h新鲜的液体催化剂I和回收的液体催化剂I连续轴向进入超重力反应器1内的液体分布器1-4,CO₂经超重力反应器1径向进入超重力反应器1内的填料1-3,液体和气体在转子1-2内进行加成反应;

[0054] (2) 喷射反应器2的反应温度为195℃,压力为6.0MPa,加成反应时间为1h;超重力反应器1内排出的反应液经出料泵1-5加热蒸馏釜4,降温后连续进入到喷射反应器动力流体泵2-3,进入喷射搅拌器耦合分配器2-1,同时吸入超重力反应器1排出的气体PO及CO₂,经喷射搅拌器射流器2-2继续进行加成反应。

[0055] (3) 中间罐的温度为140℃,压力为0.20MPa,停留时间为2h;喷射反应器2的反应液连续进入透平机2-4,带动发电机2-5发电,回收压力能;从透平机2-4出来的加成反应液经气液分离罐3-1,分离出气体PO和CO₂进入废气处理系统;气液分离罐3-1分离出的液体PC进入中间罐3。

[0056] (4) 蒸馏釜4的温度为150℃,真空度为-0.095MPa,收集140℃的馏分;中间罐3液体PC连续进入蒸馏釜4,蒸馏出的PC经冷凝器4-1冷却进入PC罐4-2,PC罐4-2的液体经PC泵4-3连续进入酯交换反应釜5;蒸馏釜4底采出的是液体催化剂I,经蒸馏釜底泵4-4进入催化剂I回收罐4-5,回收催化剂I经催化剂I回收泵4-6连续进入超重力反应器1。

[0057] (5) 酯交换反应釜5的温度为75℃,蒸馏塔顶温度为64℃,回流比为3,压力为常压,停留时间2h;MA与PC摩尔比为4:1,催化剂II的用量为总物料质量的0.1%;PC罐4-2的2956.322kg/h液体PC、新鲜液体催化剂II、超重力精馏机II7回收的催化剂II、釜内液体连续进入酯交换反应釜5的喷射搅拌器耦合分配器5-1液体进口,超重力精馏机I6回收的MA蒸汽、DMC蒸汽、脱轻塔5-9回收的MA蒸汽、DMC蒸汽,新鲜的汽化MA由喷射搅拌器动力流体泵5-3驱动动力流体连续吸入耦合分配器5-1的气体进口进入酯交换反应釜5进行酯交换反应,MA总计为3711.257kg/h,催化剂II总计为7.668kg/h;酯交换反应釜5蒸馏出的轻组分(MA、

DMC)经冷凝器5-4冷却进入粗DMC罐5-5,酯交换反应釜5下部的重组分(MA、DMC、丙二醇、PC、催化剂II)连续进入粗1,2-PG罐5-7。

[0058] (6)超重力精馏机I6的温度为180℃,馏出温度为137℃,压力为1.0MPa,回流比为2,超重力因子为40;采用超重力精馏提高了汽液相间接触比表面积和传质传热速率,使设备的尺寸极大缩小,传质效率非常高,不易液泛,耐压,节能;粗DMC经粗DMC泵5-6,连续进入超重力精馏机I6顶部,超重力精馏机I6顶部有来自精DMC泵6-8的精DMC作为回流,顶部蒸馏出的MA、DMC进入缓冲罐6-9,经蒸汽经压缩机6-5机械蒸汽再压缩(MVR),即压缩机升压、升温的二次蒸汽为酯交换反应提供辅助热源;增温增压后的MA蒸汽、DMC蒸汽,经酯交换反应釜5喷射搅拌器耦合分配器5-1吸入酯交换反应釜5进行酯交换反应;超重力精馏机I6再沸器6-6下部采出精DMC;

[0059] (7)超重力精馏机II7的温度为180℃,馏出温度为130℃,真空度为-0.095MPa,回流比为1.5,超重力因子为40;采用超重力精馏提高了汽液相间接触比表面积和传质传热速率,使设备的尺寸极大缩小,传质效率非常高,不易液泛,耐压,节能;粗1,2-PG罐5-7的粗1,2-PG经粗1,2-PG泵5-8连续进入脱轻塔5-9,脱出的轻组分MA蒸汽、DMC蒸汽进入压缩机6-5,经机械蒸汽再压缩(MVR)升温的二次蒸汽为酯交换反应提供辅助热源;增温增压后的MA、DMC蒸汽经酯交换反应釜5喷射搅拌器耦合分配器5-1吸入酯交换反应釜5,进行酯交换反应;脱轻塔再沸器5-10下部的重组分连续进入超重力精馏机II7顶部,超重力精馏机II7顶部有来自精1,2-PG泵7-7的精1,2-PG作为回流;超重力精馏机II7顶部采出精1,2-PG经冷凝器7-5冷却进入精1,2-PG罐7-6,精1,2-PG经精1,2-PG泵7-7部分作为超重力精馏机II7顶部回流,部分采出;超重力精馏机II7再沸器7-8下部采出PC、1,2-PG和催化剂II进入催化剂II回收罐7-9,经催化剂II回收泵7-10返回酯交换反应釜5喷射搅拌器耦合分配器5-1进行酯交换反应。碳酸二甲酯、1,2-丙二醇经装桶包装出厂。

[0060] 实施例3

[0061] 基于实施例1所述装置的碳酸二甲酯生产方法,包括如下步骤:

[0062] 一种基于资源化利用的碳酸二甲酯生产方法,包括如下步骤:

[0063] (1)原料CO₂为轻烧氧化镁回收的,CO₂体积的含量为99.9%,工业品P0,工业品MA;超重力反应器1的加成反应温度为195℃,压力为7.0MPa,反应时间为0.1h,P0与CO₂的摩尔比1:1.5,催化剂I的用量1%(按原料总质量计);1742.400kg/hP0液体、1980.428kg/hCO₂气体、37.229kg/h新鲜的液体催化剂I和回收的液体催化剂I连续轴向进入超重力反应器1内的液体分布器1-4,CO₂经超重力反应器1径向进入超重力反应器1内的填料1-3,液体和气体在转子1-2内进行加成反应;

[0064] (2)喷射反应器2的反应温度为200℃,压力为6.5MPa,加成反应时间为0.9h;超重力反应器1内排出的反应液经出料泵1-5加热蒸馏釜4,降温后连续进入到喷射反应器动力流体泵2-3,进入喷射搅拌器耦合分配器2-1,同时吸入超重力反应器1排出的气体P0及CO₂,经喷射搅拌器射流器2-2继续进行加成反应。

[0065] (3)中间罐的温度为145℃,压力为0.25MPa,停留时间为2.5h;喷射反应器2的反应液连续进入透平机2-4,带动发电机2-5发电,回收压力能;从透平机2-4出来的加成反应液经气液分离罐3-1,分离出气体P0和CO₂进入废气处理系统;气液分离罐3-1分离出的液体PC进入中间罐3。

[0066] (4) 蒸馏釜4的温度为155℃,真空度为-0.098MPa,收集135℃的馏分;中间罐3液体PC连续进入蒸馏釜4,蒸馏出的PC经冷凝器4-1冷却进入PC罐4-2,PC罐4-2的液体经PC泵4-3连续进入酯交换反应釜5;蒸馏釜4底采出的是液体催化剂I,经蒸馏釜底泵4-4进入催化剂I回收罐4-5,回收催化剂I经催化剂I回收泵4-6连续进入超重力反应器1。

[0067] (5) 酯交换反应釜5的温度为78℃,蒸馏塔顶温度为66℃,回流比为4,压力为常压,停留时间1.5h;MA与PC摩尔比为4.4:1,催化剂II的用量为总物料质量的0.05%;PC罐4-2的2956.322kg/h液体PC、新鲜液体催化剂II、超重力精馏机II7回收的催化剂II、釜内液体连续进入酯交换反应釜5的喷射搅拌器耦合分配器5-1液体进口,超重力精馏机I6回收的MA蒸汽、DMC蒸汽、脱轻塔5-9回收的MA蒸汽、DMC蒸汽,新鲜的汽化MA由喷射搅拌器动力流体泵5-3驱动动力流体连续吸入耦合分配器5-1的气体进口进入酯交换反应釜5进行酯交换反应,MA总计为3711.257kg/h,催化剂II总计为3.834kg/h;酯交换反应釜5蒸馏出的轻组分(MA、DMC)经冷凝器5-4冷却进入粗DMC罐5-5,酯交换反应釜5下部的重组分(MA、DMC、丙二醇、PC、催化剂II)连续进入粗1,2-PG罐5-7。

[0068] (6) 超重力精馏机I6的温度为185℃,馏出温度为139℃,压力为1.02MPa,回流比为2.2,超重力因子为41;采用超重力精馏提高了汽液相间接触比表面积和传质传热速率,使设备的尺寸极大缩小,传质效率非常高,不易液泛,耐压,节能;粗DMC经粗DMC泵5-6,连续进入超重力精馏机I6顶部,超重力精馏机I6顶部有来自精DMC泵6-8的精DMC作为回流,顶部蒸馏出的MA、DMC进入缓冲罐6-9,经蒸汽经压缩机6-5机械蒸汽再压缩(MVR),即压缩机升压、升温的二次蒸汽为酯交换反应提供辅助热源;增温增压后的MA蒸汽、DMC蒸汽,经酯交换反应釜5喷射搅拌器耦合分配器5-1吸入酯交换反应釜5进行酯交换反应;超重力精馏机I6再沸器6-6下部采出精DMC;

[0069] (7) 超重力精馏机II7的温度为185℃,馏出温度为132℃,真空度为-0.090MPa,回流比为1.6,超重力因子为41;采用超重力精馏提高了汽液相间接触比表面积和传质传热速率,使设备的尺寸极大缩小,传质效率非常高,不易液泛,耐压,节能;粗1,2-PG罐5-7的粗1,2-PG经粗1,2-PG泵5-8连续进入脱轻塔5-9,脱出的轻组分MA蒸汽、DMC蒸汽进入压缩机6-5,经机械蒸汽再压缩(MVR)升温的二次蒸汽为酯交换反应提供辅助热源;增温增压后的MA、DMC蒸汽经酯交换反应釜5喷射搅拌器耦合分配器5-1吸入酯交换反应釜5,进行酯交换反应;脱轻塔再沸器5-10下部的重组分连续进入超重力精馏机II7顶部,超重力精馏机II7顶部有来自精1,2-PG泵7-7的精1,2-PG作为回流;超重力精馏机II7顶部采出精1,2-PG经冷凝器7-5冷却进入精1,2-PG罐7-6,精1,2-PG经精1,2-PG泵7-7部分作为超重力精馏机II7顶部回流,部分采出;超重力精馏机II7再沸器7-8下部采出PC、1,2-PG和催化剂II进入催化剂II回收罐7-9,经催化剂II回收泵7-10返回酯交换反应釜5喷射搅拌器耦合分配器5-1进行酯交换反应。碳酸二甲酯、1,2-丙二醇经装桶包装出厂。

[0070] 本实施例的一种基于资源化利用的碳酸二甲酯生产方法,装置综合节能50%;碳酸二甲酯质量高于GB/T33107-2016优级品的标准、1,2-丙二醇质量高于HG/T 5392-2018优级品的标准。

[0071] 以上技术方案阐述了本发明的技术思路,不能以此限定本发明的保护范围,凡是未脱离本发明技术方案的内容,依据本发明的技术实质对以上技术方案所作的任何改动及修饰,均属于本发明技术方案的保护范围。

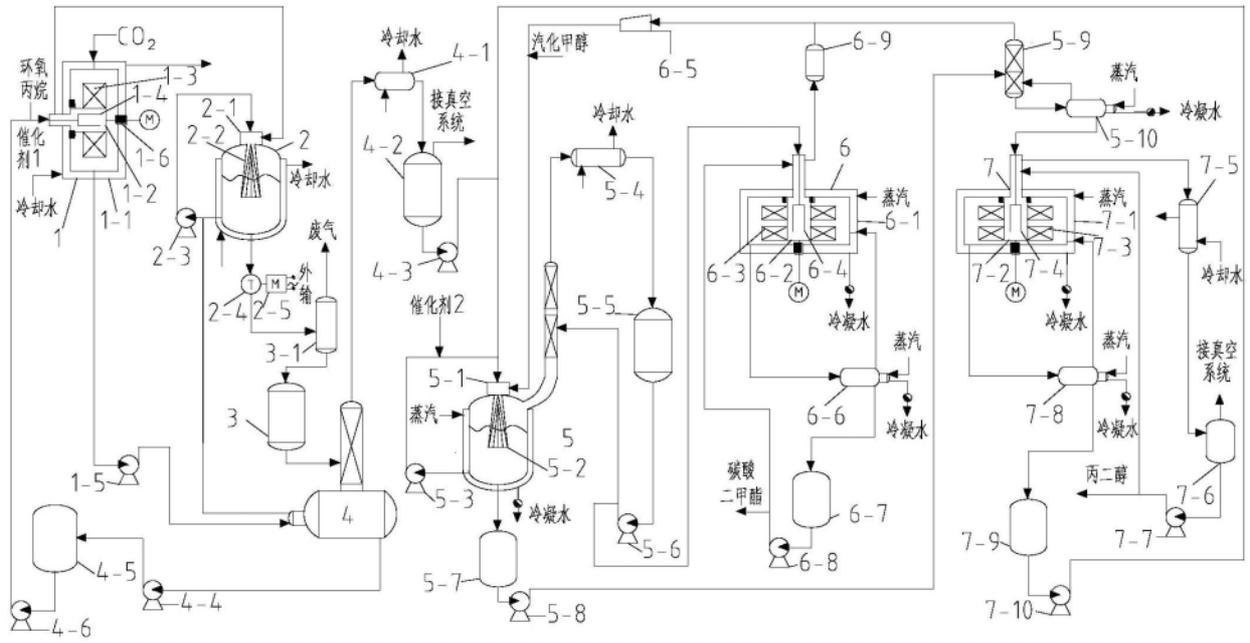


图1