



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103922891 A

(43) 申请公布日 2014. 07. 16

(21) 申请号 201410193564. 1

(22) 申请日 2014. 05. 08

(71) 申请人 南京工业大学

地址 211816 江苏省南京市浦口区浦珠南路  
30 号南京工业大学浦口校区

(72) 发明人 汤吉海 乔旭 孙玉玉 崔咪芬  
陈献 费兆阳

(74) 专利代理机构 南京天华专利代理有限责任  
公司 32218

代理人 傅婷婷 徐冬涛

(51) Int. Cl.

C07C 22/04 (2006. 01)

C07C 17/14 (2006. 01)

C07C 17/383 (2006. 01)

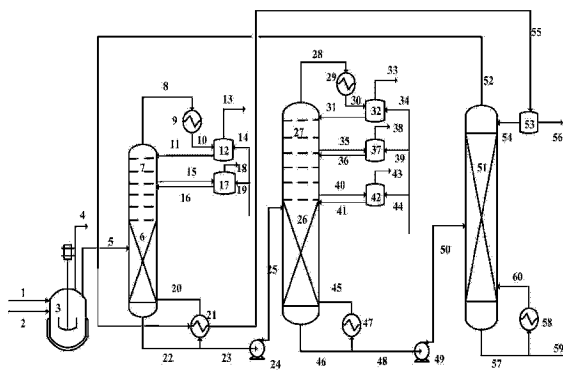
权利要求书1页 说明书10页 附图1页

(54) 发明名称

一种两段反应精馏串联生产氯化苈的能量集成方法

(57) 摘要

本发明公开了一种两段反应精馏串联生产氯化苈的能量集成方法。该方法是将甲苯预氯化、两段甲苯氯化反应精馏和氯化苈精制串联,构成氯化苈生产工艺。在此系统中氯化苈精制精馏塔顶的氯化苈汽相物料不采用循环水冷却,将其作为第1座反应精馏塔塔釜再沸器的加热热源,在汽化第1座反应精馏塔釜物料的同时被冷凝为液体。该两座反应精馏塔串联的反应精馏集成工艺,各精馏塔操作条件均独立,控制方便;具有生产高选择性氯化苈的能力,氯化苈收率达 97.5% 以上,纯度可达 99.5%;通过能量集成使氯化苈生产过程能耗降低 25%。



1. 一种两段反应精馏串联生产氯化苜的能量集成方法,其特征是该方法由甲苜预氯化、两段甲苜氯化反应精馏和氯化苜精制串联构成;甲苜经过预氯化反应器氯化后,将预氯化液通入第 1 座带侧反应器的反应精馏塔进行反应,其中甲苜预氯化液中氯化苜摩尔分数控制在 20 ~ 30%;第 1 座带侧反应器的反应精馏塔的塔釜氯化液进入第 2 座反应精馏塔进一步氯化,塔釜得到氯化苜粗品,然后氯化苜粗品进入氯化苜精制精馏塔精馏精制,塔顶得到氯化苜成品;在此系统中氯化苜精制精馏塔塔顶的氯化苜汽相不采用循环水冷却,将其作为第 1 座反应精馏塔塔釜再沸器的加热热源,在汽化第 1 座反应精馏塔釜物料的同时被冷凝为液体;第 1 座反应精馏塔的塔釜再沸器不使用水蒸汽作为加热介质,利用了工艺流股加热,从而达到节能目的。

2. 根据权利 1 要求所述的方法,其特征是氯化苜精制精馏塔塔顶蒸汽携带的能量用于氯化苜反应精馏塔的再沸器加热汽化塔釜物料,通过控制第 1 座反应精馏塔塔釜氯化苜的摩尔含量和操作压力,使其塔釜温度比氯化苜精制精馏塔塔顶温度至少低 20℃。

3. 根据权利 1 要求所述的方法,其特征是第 1 座反应精馏塔操作压力在 0.005 ~ 0.04MPa,优选 0.01 ~ 0.025MPa。

4. 根据权利 1 要求所述的方法,其特征是第 1 座反应精馏塔塔釜氯化苜摩尔分数控制在 40 ~ 70%。

5. 根据权利 4 要求所述的方法,其特征是第 1 座反应精馏塔塔釜氯化苜摩尔分数控制在 50 ~ 65%。

6. 根据权利 1 要求所述的方法,其特征是反应精馏塔及氯化苜精制精馏塔均采用减压操作,其操作压力在 0.005 ~ 0.04MPa。

7. 根据权利 6 要求所述的方法,其特征是反应精馏塔及氯化苜精制精馏塔均采用减压操作,其操作压力在 0.01 ~ 0.025MPa。

8. 根据权利 1 要求所述的方法,其特征是每座反应精馏塔配置的侧反应器台数为 1 ~ 3 台。

9. 根据权利 8 要求所述的方法,其特征是侧反应器的氯化反应在常压下进行,反应温度 80 ~ 120℃。

## 一种两段反应精馏串联生产氯化苄的能量集成方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种两段反应精馏串联生产氯化苄的能量集成方法。具体的说,涉及的是利用两段串联的反应精馏集成装置与氯化苄精制精馏塔串联生产氯化苄的能量集成方法。

### 背景技术

[0002] 氯化苄是一种重要的有机化工原料,广泛用于医药、农药、香料、染料、溶剂、助剂、增塑剂、表面活性剂等,可用于生产苯甲醇、苯乙腈、苯乙酸、苯甲酰氯、苯甲醛及其他含苄基化合物。

[0003] 氯化苄生产主要采用甲苯光(或热)催化氯化工艺。甲苯氯化生成氯化苄是一个连串反应过程,采用反应精馏集成技术提高反应单程转化率和选择性,降低原料和能耗成本是工艺革新的重点研究方向。朱成杰等(朱成杰,曾崇余. 甲苯光氯化法生产氯化苄的优化分析. 江苏石油化工学院学报,1995,7(4):31-36)采用反应精馏技术生产氯化苄,将甲苯氯化反应和精馏合为一体,反应生成的氯化苄经塔板的精馏作用及时移去,大大提高了氯化苄的选择性。同时,反应热作为精馏时的部分热源汽化塔板上的甲苯,进入上一层塔板,反应热得到了有效的利用。反应后精馏塔塔釜可以得到质量分数90%以上的氯化苄。然而这种反应精馏技术的反应和精馏均在常压下操作,精馏塔釜温度高达165℃以上,再沸器加热需要使用中压蒸汽等高品质热源,使得能源费用高。

[0004] 专利(CN101070265A, 2007-11-14)发明了采用常压反应-减压精馏耦合装置用于甲苯氯化生产氯化苄,克服了传统反应精馏技术中反应与精馏的压力、温度等条件必须一致的缺陷。新型反应精馏耦合过程中的精馏塔采用减压操作,使精馏塔塔釜温度大幅度下降,减少了精馏塔塔釜加热的热负荷。

[0005] 不论是传统反应精馏,还是常压反应-减压精馏集成生产氯化苄,精馏塔中的上升蒸汽均采用塔釜或再沸器加热汽化得到,需要消耗能量。精馏塔釜得到的氯化苄粗品在精制精馏塔进一步提纯得到氯化苄成品,虽然氯化苄精制精馏塔顶的温度较高,但与反应精馏塔釜的温度接近,无法将精制精馏塔塔顶蒸汽用于反应精馏塔釜物料的加热,只是用冷却水移走而白白浪费,因而全工艺系统的能耗较高。

### 发明内容

[0006] 本发明的目的就是针对现有的单塔反应精馏工艺中能量利用不足的缺陷,提供一种利用两段带侧反应器的反应精馏塔与氯化苄精制精馏塔串联生产氯化苄的方法。通过对反应精馏操作进行分段,将精制精馏塔塔顶的热量用于加热第1座反应精馏塔的塔釜物料,充分利用该工艺过程中的能量,降低了生产操作过程中的能耗。

[0007] 一种两段反应精馏串联生产氯化苄的能量集成方法,由甲苯预氯化、两段甲苯氯化反应精馏和氯化苄精制串联构成;甲苯经过预氯化反应器氯化后,将预氯化液通入第1座带侧反应器的反应精馏塔进行反应,其中甲苯预氯化液中氯化苄摩尔分数控制在20~

30% ;第 1 座反应精馏塔的塔釜氯化液进入第 2 座带侧反应器的反应精馏塔进一步氯化,塔釜得到氯化苕粗品,然后进入氯化苕精制精馏塔进行精制,氯化苕精制精馏塔塔顶得到氯化苕成品;其中氯化苕精制精馏塔塔顶的氯化苕汽相不采用循环水冷却,将其作为第 1 座带侧反应器的反应精馏塔塔釜再沸器的加热热源,在汽化第 1 座反应精馏塔釜物料的同时被冷凝为液体;第 1 座带侧反应器的反应精馏塔的塔釜再沸器不使用水蒸汽作为加热介质,利用了工艺流股加热,从而达到节能目的。

[0008] 表 1 和表 2 分别列出了甲苯 - 氯化苕体系中,氯化苕摩尔分数为 99.5%和 65%在不同操作压力下甲苯 - 氯化苕溶液的泡点温度。

[0009] 表 1 氯化苕摩尔分数为 99.5%时不同压力下甲苯 - 氯化苕混合物的泡点温度

[0010]	压力 / kPa	40	35	30	20	15	10	5
	温度 / °C	145.9	141.5	136.6	124.2	116.0	105.1	87.9

[0011] 表 2 氯化苕摩尔分数为 65.0%时不同压力下甲苯 - 氯化苕混合物的泡点温度

[0012]	压力 / kPa	40	35	30	20	15	10	5
	温度 / °C	109.4	105.4	100.8	89.9	81.8	71.8	56.0

[0013] 从表 1 和表 2 的对比可以看出,在压力为 40kPa,氯化苕摩尔分数为 65%时,其甲苯 - 氯化苕混合物的泡点温度为 109.4°C,而相同压力下,99.5%氯化苕的泡点温度为 145.9°C,温度差达到 36.5°C。即使在压力为 5kPa 下,两种不同组成的混合物泡点温度差也有 31.5°C。因此,摩尔分数 99.5%的氯化苕作为精制塔塔顶蒸汽所携带的热量完全可以用于氯化苕反应精馏塔的部分或全部的汽化热源,从而降低全系统的能源消耗。

[0014] 本发明的两段甲苯氯化反应精馏,根据反应程度将甲苯氯化反应精馏过程分在两座相互串联的反应精馏塔中进行。为达成氯化苕精制精馏塔与第 1 座反应精馏塔能够在塔间实现能量集成,将氯化苕精制精馏塔塔顶蒸汽的能量用于氯化苕反应精馏塔的再沸器加热汽化塔釜物料,通过控制第 1 座反应精馏塔塔釜氯化苕的摩尔含量和操作压力,使其塔釜温度比氯化苕精制精馏塔塔顶温度低至少 20°C。为达成上述目的,第 1 座反应精馏塔操作压力在 0.005 ~ 0.04MPa,优选 0.01 ~ 0.025MPa;第 1 座反应精馏塔塔釜氯化苕摩尔分数控制在 40 ~ 70%,优选 50 ~ 65%。

[0015] 为了降低反应精馏塔的操作温度,反应精馏塔均需要在减压下操作。然而氯化反应需要在常压下进行,为了两座反应精馏塔均与侧反应器进行集成,将氯化反应器(即侧反应器)与反应精馏塔在空间上独立。氯化反应器(即侧反应器)的进料来自反应精馏塔的塔板液相完全采出的物料,经过氯化反应器反应后再返回至反应精馏采出塔板的下一块塔板。其中每座反应精馏塔配置的侧反应器台数为 1 ~ 3 台,侧反应器中的反应温度为 80 ~ 120°C。

[0016] 在第 1 座反应精馏塔处于减压操作并控制塔釜的氯化苕的摩尔分数的条件下,第 1 座反应精馏塔和精制塔热量集成得以保证。第 2 座反应精馏塔和氯化苕精制精馏塔均可以在减压条件下操作,以降低精馏塔操作温度,减少物料高温结焦,降低塔釜加热介质的热能品级。

[0017] 本发明的有益效果是：

[0018] 本发明方法利用了工艺流股加热，减少了冷凝产品氯化苳所需的循环冷却水、降低了加热第一座反应精馏塔塔釜蒸汽的消耗。此外，反应精馏塔和氯化苳精制精馏塔均可以在减压条件下操作，降低精馏塔操作温度，减少物料高温结焦，降低塔釜加热介质的热能品级。该两座反应精馏塔串联的反应精馏集成工艺，各精馏塔操作条件均独立，控制方便；具有生产高选择性氯化苳的能力，氯化苳收率达 97.5% 以上，纯度可达 99.5%；通过能量集成使氯化苳生产过程能耗降低 25%。

### 附图说明

[0019] 图 1 为采用本发明方法，在带侧反应器的反应精馏塔与产品提纯精馏塔串联的装置中生产满足工业生产要求氯化苳的工艺流程图。

[0020] 图中标号为：1 - 预氯化反应器的氯气进料管线，2 - 预氯化反应器的甲苯进料管线，3 - 预氯化反应器，4 - 预氯化反应器的氯化氢气体出料管线，5 - 从预氯化反应器进入第 1 座反应精馏塔的液相管线，6 - 第 1 座反应精馏塔提馏区，7 - 第 1 座反应精馏塔反应精馏区，8 - 第 1 座反应精馏塔塔顶汽相管线，9 - 第 1 座反应精馏塔塔顶冷凝器，10 - 第 1 座反应精馏塔塔顶采出管线，11 - 第 1 座反应精馏塔从第 1 台侧反应器返回精馏塔的液相管线，12 - 第 1 座反应精馏塔的第 1 台侧反应器，13 - 第 1 座反应精馏塔的第 1 台侧反应器副产氯化氢出料管线，14 - 第 1 座反应精馏塔的第 1 台侧反应器的氯气进料管线，15 - 从第 1 座反应精馏塔到第 n 台侧反应器返回的液相进料管线，16 - 从第 n 台侧反应器返回第 1 座反应精馏塔的液相管线，17 - 第 1 座反应精馏塔的第 n 台侧反应器，18 - 第 1 座反应精馏塔的第 n 台侧反应器副产氯化氢出料管线，19 - 第 1 座反应精馏塔的第 n 台侧反应器的氯气进料管线，20 - 第 1 座反应精馏塔塔釜再沸器汽相循环管线，21 - 第 1 座反应精馏塔塔釜再沸器，22 - 第 1 座反应精馏塔塔釜再沸器液相循环管线，23 - 第 1 座反应精馏塔塔釜液相采出管线，24 - 第 2 座反应精馏塔进料泵，25 - 第 2 座反应精馏塔进料管线，26 - 第 2 座反应精馏塔提馏区，27 - 第 2 座反应精馏塔反应精馏区，28 - 第 2 座反应精馏塔塔顶汽相管线，29 - 第 2 座反应精馏塔塔顶冷凝器，30 - 第 2 座反应精馏塔塔顶采出管线，31 - 从第 1 台侧反应器返回第 2 座反应精馏塔的液相管线，32 - 第 2 座反应精馏塔的第 1 台侧反应器，33 - 第 2 座反应精馏塔的第 1 台侧反应器副产氯化氢出料管线，34 - 第 2 座反应精馏塔的第 1 台侧反应器的氯气进料管线，35 - 从第 2 座反应精馏塔到第 N - 1 台侧反应器返回的液相进料管线，36 - 从第 N - 1 台侧反应器返回第 2 座反应精馏塔的液相管线，37 - 第 2 座反应精馏塔的第 N - 1 台侧反应器，38 - 第 2 座反应精馏塔的第 N - 1 台侧反应器副产氯化氢出料管线，39 - 第 2 座反应精馏塔的第 N - 1 台侧反应器的氯气进料管线，40 - 从第 2 座反应精馏塔到第 N 台侧反应器返回的液相进料管线，41 - 从第 N 台侧反应器返回第 2 座反应精馏塔的液相管线，42 - 第 2 座反应精馏塔的第 N 台侧反应器，43 - 第 2 座反应精馏塔的第 N 台侧反应器副产氯化氢出料管线，44 - 第 2 座反应反应精馏塔的第 n 台侧反应器的氯气进料管线，45 - 第 2 座反应精馏塔塔釜再沸器汽相循环管线，46 - 第 2 座反应精馏塔塔釜再沸器液相循环管线，47 - 第 2 座反应精馏塔塔釜再沸器，48 - 第 2 座反应精馏塔塔釜液相采出管线，49 - 氯化苳精制精馏塔进料泵，50 - 氯化苳精制精馏塔进料管线，51 - 氯化苳精制精馏塔，52 - 氯化苳精制精馏塔塔顶汽相管线，53 - 氯化苳精制精馏塔塔顶采出储罐，54 - 氯化苳精

制精馏塔塔顶回流管线,55 - 氯化苄精制精馏塔塔顶液相管线,56 - 氯化苄产品出料管线,57 - 氯化苄精制精馏塔塔釜再沸器液相循环管线,58 - 氯化苄精制精馏塔塔釜再沸器,59 - 氯化苄精制精馏塔塔釜液相采出管线,60 - 氯化苄精制精馏塔塔釜再沸器汽相循环管线。

### 具体实施方式

[0021] 为进一步说明本发明,下面结合实施例加以说明,本发明的范围不限于这些实施例。

[0022] 为了充分利用工艺物料流股的能量,降低甲苯氯化生产氯化苄过程的能耗,本发明提出了由甲苯预氯化、两段甲苯氯化反应精馏和氯化苄精制串联构成的氯化苄生产工艺(如附图1所示)。甲苯经过预氯化反应器(编号3)氯化后,将预氯化液通入第一座反应精馏塔(编号6),其中甲苯预氯化液中氯化苄摩尔分数控制在20~30%。第1座反应精馏塔的塔釜氯化液再进入第2座反应精馏塔(编号26)进一步氯化,塔釜得到氯化苄粗品,然后进入氯化苄精制精馏塔(编号51),塔顶得到氯化苄成品。在此系统中氯化苄精制精馏塔塔顶的氯化苄汽相不采用循环水冷却,将其作为第1座反应精馏塔塔釜或再沸器的加热热源,在汽化第1座反应精馏塔塔釜物料的同时被冷凝为液体。第1座反应精馏塔的塔釜再沸器不使用水蒸汽作为加热介质,利用了工艺流股加热,从而达到节能目的。

[0023] 实施例1:

[0024] 塔板数为8块塔板的第1座反应精馏塔,与一台体积为2.0m<sup>3</sup>的釜式反应器相连,其中精馏塔的塔顶冷凝器出口物料进入侧反应器(即上述体积为2.0m<sup>3</sup>的釜式反应器)与氯气进行反应后回到第2块塔板。塔板数为10块塔板的第2座反应精馏塔,与一台体积为5.0m<sup>3</sup>的釜式反应器相连,其中精馏塔的塔顶冷凝器出口物料进入侧反应器(即体积为5.0m<sup>3</sup>的釜式反应器)与氯气进行反应后回到第2块塔板;第2座反应精馏塔塔釜物料经进料泵送至第3座氯化苄精制精馏塔的第8块塔板上。第3座氯化苄精制精馏塔的塔板数为16块。

[0025] 新鲜甲苯在预氯化反应器中预氯化至甲苯摩尔分数为80%、氯化苄摩尔分数为20%,此预氯化液以10kmol/h的速率送至第1座反应精馏塔,与第1座反应精馏塔相连的侧反应器中氯气的通入速率为2.64kmol/h,第1座反应精馏塔的塔釜氯化液在进入第2座反应精馏塔的第6块塔板后进一步氯化,与第2座反应精馏塔相连的侧反应器中氯气的通入速率为5.51kmol/h。在侧反应器中的反应温度均为100℃。稳定状态时的参数和运行结果如表3所示。其中氯化苄精制精馏塔塔顶蒸汽换热量192.4kW,可作为第1座反应精馏塔塔釜的加热热源,在该工艺过程中该塔釜所需总热负荷为第2座反应精馏塔的塔釜热负荷与氯化苄精制精馏塔塔釜热负荷之和,共600.6kW;冷凝器总热负荷为第1座反应精馏塔的冷凝器热负荷与第2座反应精馏塔的冷凝器热负荷之和,共-759.9kW。

[0026] 表3 精馏塔的参数和运行结果

[0027]

	第 1 座反应精馏塔	第 2 座反应精馏塔	氯化苈精制精馏塔	
操作压力 /kPa	30.0	10.0	15.0	
回流比	0.92	0.79	0.61	
塔顶温度 /°C	74.5	45.9	116.3	
塔釜温度 /°C	86.4	105.6	137.4	
塔顶流率 /kmol/h	17.6	56.7	9.8	
	甲苯	98.9	99.5	0.4
塔顶组分摩尔分数 /%	氯化苈	1.1	0.5	99.5
	苈叉二氯	0	0	0.1
塔釜流率 /kmol/h	10.0	10.0	0.2	
	甲苯	54.5	0.4	0
塔釜组分摩尔分数 /%	氯化苈	44.7	97.9	9.4
	苈叉二氯	0.8	1.8	90.6
塔釜热负荷 /kW	192.0	402.6	198.0	
冷凝器热负荷 /kW	-175.1	-584.8	-192.4	

[0028]

[0029] 实施例 2 :

[0030] 塔板数为 8 块塔板的第 1 座反应精馏塔,与两台体积分别为 2.0m<sup>3</sup> 和 1.0m<sup>3</sup> 的釜式侧反应器相连,其中精馏塔的塔顶冷凝器出口物料进入第 1 台侧反应器与氯气进行反应后回到第 2 块塔板;精馏塔第 3 块塔板物料全采出后进入第 2 台侧反应器与氯气进行反应后回到第 4 块塔板。塔板数为 10 块塔板的第 2 座反应精馏塔,与两台体积分别为 4.0m<sup>3</sup> 和 3.0m<sup>3</sup> 的釜式侧反应器相连,其中精馏塔的塔顶冷凝器出口物料进入第 1 台侧反应器与氯气进行反应后回到第 2 块塔板;精馏塔第 3 块塔板物料全采出后进入第 2 台侧反应器与氯气进行反应后回到第 4 块塔板;第 2 座反应精馏塔塔釜物料经进料泵送至第 3 座氯化苈精制精馏塔的第 8 块塔板上。第 3 座氯化苈精制精馏塔的塔板数为 16 块。

[0031] 新鲜甲苯在预氯化反应器中预氯化至甲苯摩尔分数为 80%、氯化苈摩尔分数为 20%,此预氯化液以 10kmol/h 的速率送至第 1 座反应精馏塔,与第 1 座反应精馏塔相连的侧反应器中氯气的通入速率分别为 2.56kmol/h 和 1.09kmol/h,第 1 座反应精馏塔的塔釜氯化液在进入第 2 座反应精馏塔的第 6 块塔板后进一步氯化,与第 2 座反应精馏塔相连的侧反应器中氯气的通入速率分别为 3.15kmol/h 和 1.35kmol/h。在侧反应器中的反应温度均为 110°C。稳定状态时的参数和运行结果如表 4 所示。其中氯化苈精制精馏塔塔顶蒸汽换热热量 198.2kW,可做为第 1 座反应精馏塔塔釜的加热热源,在该工艺过程中该塔釜所需热负荷为第 2 座反应精馏塔的塔釜热负荷与氯化苈精制精馏塔塔釜热负荷之和,共 500.4kW;冷凝器热负荷为第 1 座反应精馏塔的冷凝器热负荷与第 2 座反应精馏塔的冷凝器热负荷之和,共 -718.9kW。

[0032] 表 4 精馏塔的参数和运行结果

[0033]

	第 1 座反应精馏塔	第 2 座反应精馏塔	氯化苄精制精馏塔
操作压力 /kPa	10.0	10.0	10.0
回流比	0.79	0.79	0.61
塔顶温度 /℃	46.2	46.0	105.5
塔釜温度 /℃	64.8	105.6	126.0
塔顶流率 /kmol/h	26.5	43.2	9.8
塔顶组分摩尔分数 /%	甲苯	99.5	99.5
	氯化苄	0.5	0.5
	苄叉二氯	0	0
塔釜流率 /kmol/h	甲苯	44.5	0.3
	氯化苄	54.6	97.9
	苄叉二氯	0.9	1.8
塔釜组分摩尔分数 /%			
塔釜热负荷 /kW	198.1	302.0	198.4
冷凝器热负荷 /kW	-273.5	-445.4	-198.2

[0034] 实施例 3 :

[0035] 塔板数为 8 块塔板的第 1 座反应精馏塔,与两台体积均为 2.0m<sup>3</sup>的釜式侧反应器相连,其中精馏塔的塔顶冷凝器出口物料进入第 1 台侧反应器与氯气进行反应后回到第 2 块塔板;精馏塔第 3 块塔板物料全采出后进入第 2 台侧反应器与氯气进行反应后回到第 4 块塔板。塔板数为 10 块塔板的第 2 座反应精馏塔,与三台体积均为 3.0m<sup>3</sup>的釜式侧反应器相连,其中精馏塔的塔顶冷凝器出口物料进入第 1 台侧反应器与氯气进行反应后回到第 2 块塔板;精馏塔第 3 块塔板物料全采出后进入第 2 台侧反应器与氯气进行反应后回到第 4 块塔板;精馏塔第 5 块塔板物料全采出后进入第 3 台侧反应器与氯气进行反应后回到第 6 块塔板;第 2 台反应精馏塔塔釜物料经进料泵送至第 3 座氯化苄精制精馏塔的第 8 块塔板上。第 3 座氯化苄精制精馏塔的塔板数为 16 块。

[0036] 新鲜甲苯预氯化在预氯化反应器中至甲苯摩尔分数为 80%、氯化苄摩尔分数为 20%,此预氯化液以 10kmol/h 的速率送至第 1 座反应精馏塔,与第 1 座反应精馏塔相连的侧反应器中氯气的通入速率分别为 3.29kmol/h 和 1.41kmol/h,第 1 座反应精馏塔的塔釜氯化液在进入第 2 座反应精馏塔的第 6 块塔板后进一步氯化,与第 2 座反应精馏塔相连的三台侧反应器中氯气的通入速率分别为 1.73kmol/h,1.03kmol/h 和 0.69kmol/h。在侧反应器中的反应温度均为 80℃。稳定状态时的参数和运行结果如表 5 所示。其中氯化苄精制精馏塔塔顶蒸汽换热量 202.0kW,可作为第 1 座反应精馏塔塔釜的加热热源,在该工艺过程中该塔釜所需总热负荷为第 2 座反应精馏塔的塔釜热负荷与氯化苄精制精馏塔塔釜热负荷之



和,共 418.5kW;冷凝器总热负荷为第 1 座反应精馏塔的冷凝器热负荷与第 2 座反应精馏塔的冷凝器热负荷之和,共 -695.1kW。

[0037] 表 5 精馏塔的参数和运行结果

[0038]

	第 1 座反应精馏塔	第 2 座反应精馏塔	氯化苄精制精馏塔
操作压力 /kPa	10.0	10.0	10.0
回流比	0.89	0.87	0.64
塔顶温度 /°C	46.5	45.3	105.3
塔釜温度 /°C	72.4	105.6	126.2
塔顶流率 /kmol/h	25.3	31.4	9.8
塔顶组分摩尔分数 /%	甲苯	99.4	99.6
	氯化苄	0.6	0.4
	苄叉二氯	0	0
塔釜流率 /kmol/h	10.0	10.0	0.2
塔釜组分摩尔分数 /%	甲苯	34.3	0.3
	氯化苄	64.5	97.9
	苄叉二氯	1.2	1.8
塔釜热负荷 /kW	201.9	216.5	202.0
冷凝器热负荷 /kW	-261.6	-433.5	-202.0

[0039] 实施例 4:

[0040] 塔板数为 8 块塔板的第 1 座反应精馏塔,与两台体积均为 2.0m<sup>3</sup> 的釜式反应器相连,其中精馏塔的塔顶冷凝器出口物料进入第 1 台侧反应器与氯气进行反应后回到第 2 块塔板;精馏塔第 3 块塔板物料全采出后进入第 2 台侧反应器与氯气进行反应后回到第 4 块塔板。塔板数为 10 块塔板的第 2 座反应精馏塔,与两台体积均为 3.0m<sup>3</sup> 的釜式反应器相连,其中精馏塔的塔顶冷凝器出口物料进入侧反应器与氯气进行反应后回到第 2 块塔板;精馏塔第 3 块塔板物料全采出后进入第 2 台侧反应器与氯气进行反应后回到第 4 块塔板;第 2 座反应精馏塔塔釜物料经进料泵送至第 3 座氯化苄精制精馏塔的第 8 块塔板上。第 3 座氯化苄精制精馏塔的塔板数为 16 块。

[0041] 新鲜甲苯预氯化在预氯化反应器中至甲苯摩尔分数为 75%、氯化苄摩尔分数为 25%,此预氯化液以 10kmol/h 的速率送至第 1 座反应精馏塔,与第 1 座反应精馏塔相连的侧反应器中氯气的通入速率分别为 3.15kmol/h 和 1.35kmol/h,第 1 座反应精馏塔的塔釜氯化液在进入第 2 座反应精馏塔的第 6 块塔板后进一步氯化,与第 2 座反应精馏塔相连的侧反应器中氯气的通入速率分别为 2.21kmol/h 和 0.94kmol/h。在侧反应器中的反应温度均为 110°C。稳定状态时的参数和运行结果如表 6 所示。其中氯化苄精制精馏塔塔顶蒸汽换

热量 201.9kW,可作为第 1 座反应精馏塔塔釜的加热热源,在该工艺过程中该塔釜所需总热负荷为第 2 座反应精馏塔的塔釜热负荷与氯化苄精制精馏塔塔釜热负荷之和,共 487.5kW;冷凝器总热负荷为第 1 座反应精馏塔的冷凝器热负荷与第 2 座反应精馏塔的冷凝器热负荷之和,共 -525.3kW。

[0042] 表 6 精馏塔的参数和运行结果

[0043]

	第 1 座反应精馏塔	第 2 座反应精馏塔	氯化苄精制精馏塔	
操作压力 /kPa	15.0	15.0	15.0	
回流比	0.93	0.93	0.66	
塔顶温度 /℃	56.2	55.5	116.3	
塔釜温度 /℃	84.9	116.6	138.0	
塔顶流率 /kmol/h	21.8	29.8	9.8	
塔顶组分摩尔分数 /%	甲苯	99.2	99.4	0.3
	氯化苄	0.8	0.6	99.5
	苄叉二氯	0	0	0.2
塔釜流率 /kmol/h	10.0	10.0	0.2	
塔釜组分摩尔分数 /%	甲苯	31.4	0.3	0
	氯化苄	67.3	97.9	8.8
	苄叉二氯	1.3	1.8	91.2
塔釜热负荷 /kW	201.0	285.5	202.0	
冷凝器热负荷 /kW	-222.3	-303.1	-201.9	

[0044]

[0045] 实施例 5:

[0046] 塔板数为 8 块塔板的第 1 座反应精馏塔,与一台体积均为 2.0m<sup>3</sup> 的釜式反应器相连,其中精馏塔的塔顶冷凝器出口物料进入第 1 台侧反应器与氯气进行反应后回到第 2 块塔板。塔板数为 10 块塔板的第 2 座反应精馏塔,与两台体积分别为 4.0m<sup>3</sup> 和 3.0m<sup>3</sup> 的釜式反应器相连,其中精馏塔的塔顶冷凝器出口物料进入第 1 台侧反应器与氯气进行反应后回到第 2 块塔板;精馏塔第 3 块塔板物料全采出后进入第 2 台侧反应器与氯气进行反应后回到第 4 块塔板;第 2 座反应精馏塔塔釜物料经进料泵送至第 3 座氯化苄精制精馏塔的第 8 块塔板上。第 3 座氯化苄精制精馏塔的塔板数为 16 块。

[0047] 新鲜甲苯在预氯化反应器中预氯化至甲苯摩尔分数为 70%、氯化苄摩尔分数为 30%,此预氯化液以 10kmol/h 的速率送至第 1 座反应精馏塔,与第 1 座反应精馏塔相连的侧反应器中氯气的通入速率为 3.10kmol/h,第 1 座反应精馏塔的塔釜氯化液在进入第 2 座反应精馏塔的第 6 块塔板后进一步氯化,与第 2 座反应精馏塔相连的侧反应器中氯气的通

入速率分别为 2.74kmol/h 和 1.29kmol/h。在侧反应器中的反应温度均为 100℃。稳定状态时的参数和运行结果如表 7 所示。其中氯化苄精制精馏塔塔顶蒸汽换热量 198.0kW,可作为第 1 座反应精馏塔塔釜的加热热源,在该工艺过程中该塔釜所需总热负荷为第 2 座反应精馏塔的塔釜热负荷与氯化苄精制精馏塔塔釜热负荷之和,共 508.7kW;冷凝器总热负荷为第 1 座反应精馏塔的冷凝器热负荷与第 2 座反应精馏塔的冷凝器热负荷之和,共 -627.0kW。

[0048] 表 7 精馏塔的参数和运行结果

[0049]

	第 1 座反应精馏塔	第 2 座反应精馏塔	氯化苄精制精馏塔	
操作压力 /kPa	15.0	15.0	15.0	
回流比	0.84	0.83	0.63	
塔顶温度 /℃	56.8	55.5	116.3	
塔釜温度 /℃	77.9	116.5	137.7	
塔顶流率 /kmol/h	19.7	29.8	9.8	
塔顶组分摩尔分数				
/ %	甲苯	99.1	99.4	0.4
/ %	氯化苄	0.9	0.6	99.5
/ %	苯叉二氯	0	0	0.1
塔釜流率 /kmol/h	10.0	10.0	0.2	
塔釜组分摩尔分数				
/ %	甲苯	40.0	0.4	0
/ %	氯化苄	58.9	97.9	9.6
/ %	苯叉二氯	1.1	1.7	90.4
塔釜热负荷 /kW	198.0	310.6	198.1	
冷凝器热负荷 /kW	-201.7	-425.3	198.0	

[0050]

[0051] 对比实施例：

[0052] 塔板数为 12 块塔板的反应精馏塔,与两台体积分别为 6.3m<sup>3</sup> 和 4.0m<sup>3</sup> 的釜式侧反应器相连,其中精馏塔的塔顶冷凝器出口物料进入第 1 台侧反应器与氯气进行反应后回到第 2 块塔板;精馏塔第 3 块塔板物料全采出后进入第 2 台侧反应器与氯气进行反应后回到第 4 块塔板;反应精馏塔塔釜物料经进料泵送至氯化苄精制精馏塔的第 8 块塔板上。氯化苄精制精馏塔的塔板数为 16 块。

[0053] 新鲜甲苯在预氯化反应器中预氯化至甲苯摩尔分数为 80%、氯化苄摩尔分数为 20%,此预氯化液以 10kmol/h 的速率送至反应精馏塔,与反应精馏塔相连的侧反应器中氯气的通入速率分别为 5.71kmol/h 和 2.44kmol/h。在侧反应器中的反应温度均为 100℃。稳定状态时的参数和运行结果如表 8 所示。在该工艺过程中该塔釜所需热负荷为反应精馏塔的塔釜热负荷与氯化苄精制精馏塔塔釜热负荷之和,共 680.4kW;冷凝器热负荷为反应精馏塔的冷凝器热负荷与氯化苄精制精馏塔塔顶的冷凝器热负荷之和,共 -952.9kW。

[0054] 表 8 精馏塔的参数和运行结果

		反应精馏塔	氯化苈精制精馏塔	
[0055]	操作压力 /kPa	10.0	10.0	
	回流比	0.74	0.60	
	塔顶温度 /°C	46.0	105.4	
	塔釜温度 /°C	105.6	125.7	
	塔顶流率 /kmol/h	73.3	9.8	
	塔顶组分摩尔分数 /%	甲苯	99.5	0.3
		氯化苈	0.5	99.5
		苈叉二氯	0	0.2
	塔釜流率 /kmol/h	10.0	0.2	
	塔釜组分摩尔分数 /%	甲苯	0.3	0
氯化苈		97.9	8.0	
苈叉二氯		1.8	92.0	
[0056]	塔釜热负荷 /kW	483.5	196.9	
	冷凝器热负荷 /kW	-756.1	-196.8	

[0057] 将实施例 1(两座反应精馏塔各带一台侧反应器)和对比实施例进行比较,实施例 1 中塔釜热负荷和冷凝器热负荷分别降低 11.7%和 20.3%;将实施例 2(两座反应精馏塔各带两台侧反应器)和对比实施例进行比较,实施例 2 中塔釜热负荷和冷凝器热负荷分别降低 22.8%和 25.1%。

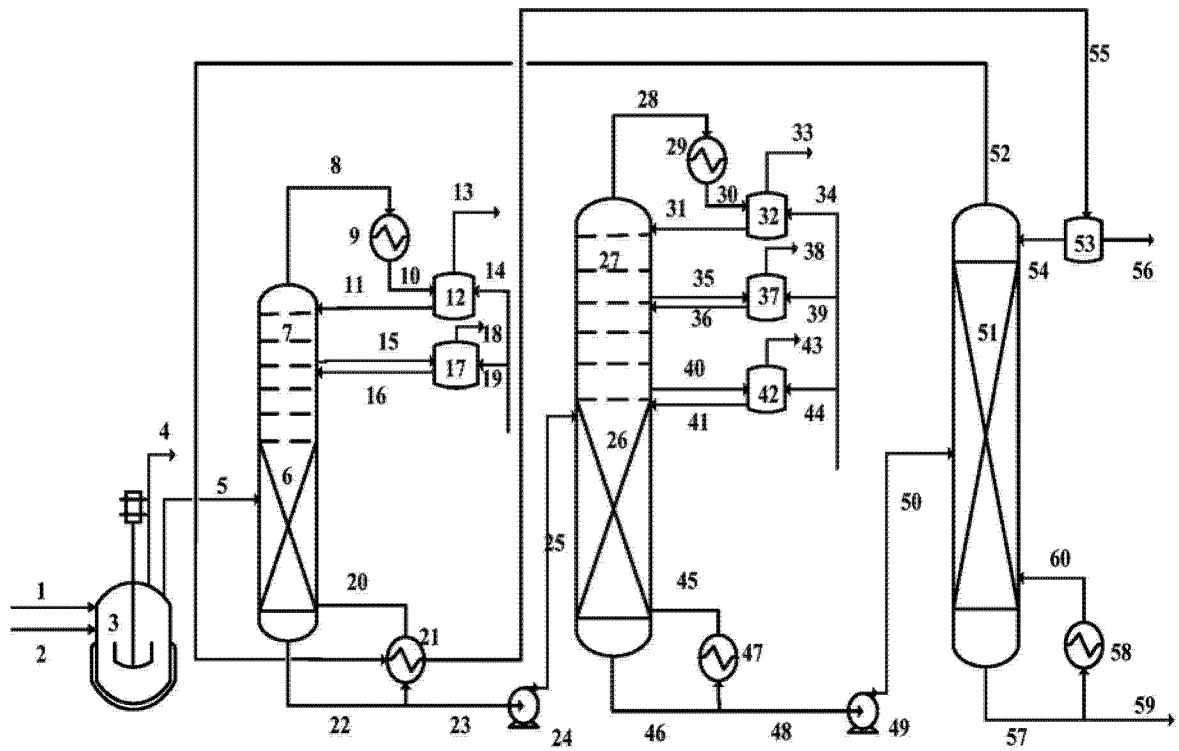


图 1