



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 105693687 B

(45) 授权公告日 2020. 11. 17

(21) 申请号 201610140855.3

审查员 谭爽

(22) 申请日 2016.03.10

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105693687 A

(43) 申请公布日 2016.06.22

(73) 专利权人 天津大学

地址 300072 天津市南开区卫津路92号

(72) 发明人 李鑫钢 高鑫 黄伟进 李洪

许长春

(74) 专利代理机构 天津盛理知识产权代理有限公司

12209

代理人 赵瑶瑶

(51) Int. Cl.

C07D 317/12 (2006.01)

C07D 321/06 (2006.01)

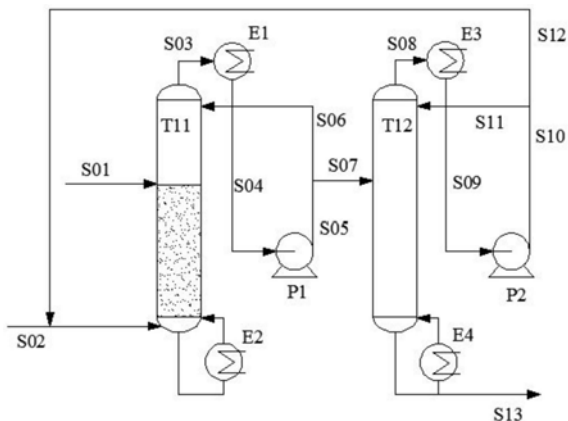
权利要求书1页 说明书7页 附图1页

(54) 发明名称

一种二醇缩醛/酮反应的高效反应精馏方法及装置

(57) 摘要

本发明涉及一种二醇缩醛/酮反应的高效反应精馏方法及装置,其中反应精馏塔由精馏段和反应精馏段组成,二醇原料为乙二醇,丙二醇和丁二醇的一种或者混合,其进料口设置在反应精馏段的顶部,醛/酮进料口设置在塔釜,缩醛/酮产物从反应精馏塔塔顶排出,经醛/酮回收塔回收醛/酮后获得缩醛/酮产物。本发明的方法及装置的特点在于塔下半部分设置反应精馏段,可以很好的利用缩醛/酮反应的反应热,采用本发明的方法于二醇的缩醛/酮反应中,能够获得很高的转化率,流程简单,应用于煤制乙二醇或者生物质催化法制乙二醇或者其他工艺流程中的二醇的缩醛/酮反应上,能获得显著的经济效益。



1. 乙二醇和丁二醇混合物缩醛/酮反应的方法, 其特征在于: 方法采用的反应精馏装置, 包括反应精馏塔 (T11)、醛/酮回收塔 (T12)、冷凝器、再沸器、泵以及相关的进料管线和连接以上设备的管线, 乙二醇和丁二醇混合物原料 (S01) 的进料管线连接到反应精馏塔 (T11) 反应精馏段的顶部, 醛/酮 (S02) 的进料管线连接到反应精馏塔 (T11) 塔釜; 反应精馏塔 (T11) 塔顶采出管线与醛/酮回收塔 (T12) 的进料管线相连; 醛/酮回收塔 (T12) 塔顶采出连接至反应精馏塔 (T11) 的塔釜进料, 循环使用, 醛/酮回收塔 (T12) 塔釜采出为二醇缩醛/酮产物, 反应精馏塔 (T11)、醛/酮回收塔 (T12) 进出口位置根据需要安装冷凝器、再沸器, 其中反应精馏塔 (T11) 由精馏段和反应精馏段组成, 精馏段使用填料或者塔盘, 反应精馏段使用催化填料或者催化塔盘, 催化剂为大孔酸性阳离子树脂 NKC-9;

反应精馏方法为: 将乙二醇和丁二醇的混合二醇流股 (S01) 与醛/酮流股 (S02) 分别从反应精馏段的上部和塔釜进入到反应精馏塔 (T11), 在塔内反应精馏段进行缩醛/酮反应; 反应精馏塔 (T11) 塔顶气相 (S03) 经过塔顶冷凝器 (E1), 液相 (S04) 经过反应精馏塔回流采出泵 (P1) 得到液相 (S05), 一部分作为回流 (S06), 另外一部分作为醛/酮回收塔 (T12) 的进料 (S07); 醛/酮回收塔 (T12) 塔顶气相 (S08) 经过塔顶冷凝器 (E3), 液相 (S09) 经过回流采出泵 (P2) 得到液相 (S10), 一部分作为塔顶回流 (S11), 另外一部分采出流股 (S12) 循环至反应精馏塔 (T11) 的塔釜进料, 塔釜采出二醇缩醛/酮产物 (S13);

所述醛为甲醛、乙醛、丙醛或丁醛, 酮为丙酮、丁酮或环己酮;

反应精馏塔操作压力以绝压计为 0.1~5atm, 回流比 0.01~30, 采用大孔酸性阳离子树脂 NKC-9 作为催化剂, 控制进入反应精馏塔塔釜的醛/酮的量与处理的二醇的总量的摩尔配比为 1~10; 醛/酮回收塔操作压力以绝压计为 0.2~10atm, 回流比 0.01~10, 塔顶控制分离获得的醛/酮的纯度。

一种二醇缩醛/酮反应的高效反应精馏方法及装置

技术领域

[0001] 本发明属于化工精馏分离领域,涉及一种二醇缩醛/酮反应的高效反应精馏方法及装置。

背景技术

[0002] 二醇缩醛/酮反应不仅可以应用于制备二醇缩醛/酮产物,如1,3-二氧戊环,2-甲基-1,3-二氧戊环,4-乙基-2-甲基-1,3-二氧戊环,同时由于其反应可逆性,可以应用到混合二醇的分离上,如在煤制乙二醇或者生物质催化法制乙二醇的液相混合物的分离中,由于其中的乙二醇、丙二醇、丁二醇沸点接近,相对挥发度小,特别是乙二醇和1,2-丁二醇能够形成共沸,从而使得乙二醇的分离需要很高的能耗,同时不得不浪费一定量的乙二醇,并且高附加值得丙二醇和丁二醇产品未能获得很好的利用,造成工艺流程经济性下降。通过采用可逆的缩醛/酮反应,使混合二醇首先转化为缩醛/酮产物,分别分离后再进行水解精制获得二醇产品,可以大大降低原有工艺中脱除丙二醇和丁二醇的压力,获得更高的乙二醇产品收率,且能回收丙二醇和丁二醇等副产物。

[0003] 相比于反应和分离分开操作的缩醛/酮反应工艺流程,将反应和精馏两个单元操作有机耦合在同一设备中同时进行的反应精馏工艺流程,可以大大的实现流程的简化,反应精馏技术能够通过精馏分离不断将产物从反应区移出,保持反应区中反应物的浓度维持在较高的程度,保证反应速率,同时促进反应的正向进行,突破化学反应平衡的限制,实现很高的转化率,并且很好的利用了反应的热量,达到节能的效果,获得更好的经济效益乙二醇作为一种重要的基本有机化工原料,主要用于生产聚酯纤维、防冻剂、不饱和聚酯树脂、润滑剂、增塑剂、非离子表面活性剂以及炸药等。我国是乙二醇的消费大国,国内的乙二醇的产量远远不能满足自身需求,2014年,我国乙二醇产量为350万吨,而表观消费量达1225万吨,因此,我国的乙二醇产业具有良好的发展前景。

[0004] 目前,国内外大型乙二醇生产都采用直接水合法或加压水合法工艺线路,该工艺是将环氧乙烷和水按1:20~22(摩尔比)配成混合水溶液,在固定床反应器中于130~180℃,1.0~2.5MPa下反应18~30分钟,环氧乙烷全部转化为混合醇,然后经过多效蒸发器脱水浓缩和减压精馏分离得到乙二醇。蒸发脱水需要消耗大量的能量,为了降低成本,国内外的一些主要的生产乙二醇的大公司以及科研院所开始研究催化水合法。同时,也有研究针对碳酸乙烯酯法,由环氧乙烷和二氧化碳合成碳酸乙烯酯,再以碳酸乙烯酯水解得到乙二醇,专利US 4508927、US 4500559和JP 571006631针对碳酸乙烯酯法提出了不同的工艺线路。随着石油资源的日趋紧张,世界油价波动较大,结合我国贫油、少气、富煤的资源情况,在我国发展C1化工具有非常重要的意义,从而可以减少对石油进口的依赖,减轻环境压力。以煤或天然气为原料制备合成气,合成气通过偶联制草酸酯,草酸酯通过加氢获得乙二醇这一工艺被认为是最具有工业前景的线路,国内目前建成投产和在建的煤制乙二醇装置超过20套。在草酸酯加氢制乙二醇的反应产物中,除了含有甲醇、乙醇酸酯等沸点较低的物质外,还含有少量1,2-丙二醇,1,2-丁二醇等与乙二醇沸点接近、通过普通精馏难以分离的物

质,其中,1,2-丁二醇与乙二醇沸点最为接近,同时形成共沸,因此最难分离。另外,作为可持续发展的能源线路,以生物质为原料生产乙二醇等二元醇路线也越来越受到各国的广泛关注,如中科院大连化学物理研究所张涛院士课题组所研究的生物质催化法制备乙二醇。要想获得高纯度的二醇化工产品,也会涉及到乙二醇和1,2-丁二醇的分离问题。

[0005] 针对丁二醇与乙二醇难分离的问题,通过二醇混合物缩醛/酮反应,获得二醇缩醛/酮产物,然后进行分离,二醇缩醛/酮产物再分别水解获得二醇产品的方法可以经济有效的实现乙二醇和1,2-丁二醇混合物的相互分离,该过程结合到煤制乙二醇或者生物质催化法制乙二醇的液相混合物的分离中,可以较大的节省分离的能耗,保证热敏性乙二醇产品的品质,实现很好的经济效益。本专利就其中的缩醛/酮反应提出一种高效节能,流程简单,反应转化率高的反应精馏方法和装置。

[0006] 反应精馏技术是一种将反应和分离耦合在同一设备中同时进行的过程强化技术。二醇和醛/酮的反应是一类放热的可逆反应,反应精馏技术能够通过精馏分离不断将产物从反应区移出,保持反应区中反应物的浓度维持在较高的程度,保证反应速率,同时促进反应的正向进行,突破化学反应平衡的限制,实现很高的转化率,并且很好的利用了反应的热量,达到节能的效果。相比反应与分离分开操作的流程,在缩醛/酮反应中使用反应精馏流程会使整个煤制乙二醇或者生物质催化法制乙二醇的液相混合物的分离工艺实现更好的经济效益。

发明内容

[0007] 本发明的目的是提供一种二醇缩醛/酮反应的高效反应精馏方法及装置,使用本发明提供的反应精馏方法于二醇单质或者二醇混合物的缩醛/酮反应中,具有工艺流程简单、设备投资低、二醇转化率高、能耗低等优点。

[0008] 本发明还特别提供一种具体乙二醇和丁二醇混合物缩醛/酮反应的高效反应精馏方法。

[0009] 本发明解决其技术问题所采用的技术方案是:

[0010] 一种二醇缩醛/酮反应的高效反应精馏装置,其特征在于:包括反应精馏塔(T11)、醛/酮回收塔(T12)、冷凝器、再沸器、泵以及相关的进料管线和连接以上设备的管线,具体连接方式如下:

[0011] 二醇原料(S01)的进料管线连接到反应精馏塔(T11)反应精馏段的顶部,醛/酮(S02)的进料管线连接到反应精馏塔(T11)塔釜;反应精馏塔(T11)塔顶采出管线与醛/酮回收塔(T12)的进料管线相连;醛/酮回收塔(T12)塔顶采出连接至反应精馏塔(T11)的塔釜进料,循环使用,醛/酮回收塔(T12)塔釜采出为二醇缩醛/酮产物,反应精馏塔(T11)、醛/酮回收塔(T12)进出口位置根据需要安装冷凝器、再沸器。

[0012] 而且,反应精馏塔(T11)由精馏段和反应精馏段组成,精馏段使用填料或者塔盘,反应精馏段使用催化填料或者催化塔盘。

[0013] 而且,可在反应精馏塔(T11)的精馏段设置一段用于分离回收未反应的醛/酮的精馏段,在不使用醛/酮回收塔(T12)的情况下,由反应精馏塔(T11)的侧线采出缩醛/酮反应产物。

[0014] 一种二醇缩醛/酮反应的高效反应精馏方法,将二醇流股(S01)与醛/酮流股(S02)

分别从反应精馏段的上部和塔釜进入到反应精馏塔 (T11), 在塔内反应精馏段进行缩醛/酮反应; 反应精馏塔 (T11) 塔顶气相 (S03) 经过塔顶冷凝器 (E1) 液相 (S04) 经过反应精馏塔回流采出泵 (P1) 得到液相 (S05), 一部分作为回流 (S06), 另外一部分作为醛/酮回收塔 (T12) 的进料 (S07); 醛/酮回收塔 (T12) 塔顶气相 (S08) 经过塔顶冷凝器 (E3) 液相 (S09) 经过回流采出泵 (P2) 得到液相 (S10), 一部分作为塔顶回流 (S11), 另外一部分采出该股 (S12) 循环至反应精馏塔 (T11) 的塔釜进料, 塔釜采出二醇缩醛/酮产物 (S13)。

[0015] 而且, 反应精馏塔 (T11) 塔顶气相 (S03) 经过塔顶冷凝器 (E1) 液相 (S04) 经过回流采出泵 (P1) 得到液相 (S05), 一部分作为回流 (S06), 另外一部分作为采出的醛/酮该股循环至反应精馏塔的塔釜进料 (S07), 精馏段的某处液相采出 (S08) 经进料泵 (P2) 后得到二醇缩醛/酮产物 (S09)。

[0016] 而且, 反应精馏塔操作压力以绝压计为 0.05~10atm, 回流比 0.01~40, 采用固体酸或固体碱催化剂, 控制进入反应精馏塔塔釜的醛/酮的量与处理的二醇的总量的摩尔配比为 1~15; 醛/酮回收塔操作压力以绝压计为 0.1~10atm, 回流比 0.01~10, 塔顶控制分离获得的醛/酮的纯度。

[0017] 一种乙二醇和丁二醇混合物缩醛/酮反应的高效反应精馏方法, 将乙二醇和丁二醇的混合二醇该股 (S01) 与醛/酮该股 (S02) 分别从反应精馏段的上部和塔釜进入到反应精馏塔 (T11), 在塔内反应精馏段进行缩醛/酮反应; 反应精馏塔 (T11) 塔顶气相 (S03) 经过塔顶冷凝器 (E1) 液相 (S04) 经过反应精馏塔回流采出泵 (P1) 得到液相 (S05), 一部分作为回流 (S06), 另外一部分作为醛/酮回收塔 (T12) 的进料 (S07); 醛/酮回收塔 (T12) 塔顶气相 (S08) 经过塔顶冷凝器 (E3) 液相 (S09) 经过回流采出泵 (P2) 得到液相 (S10), 一部分作为塔顶回流 (S11), 另外一部分采出该股 (S12) 循环至反应精馏塔 (T11) 的塔釜进料, 塔釜采出二醇缩醛/酮产物 (S13)。

[0018] 而且, 反应精馏塔操作压力以绝压计为 0.1~5atm, 回流比 0.01~30, 采用固体酸或固体碱树脂催化剂, 控制进入反应精馏塔塔釜的醛/酮的量与处理的二醇的总量的摩尔配比为 1~10; 醛/酮回收塔操作压力以绝压计为 0.2~10atm, 回流比 0.01~10。

[0019] 而且, 所述的乙二醇和丁二醇混合物缩醛/酮反应的高效反应精馏方法, 其中醛是 C1~C8 的醛, 酮是 C3~C8 的酮。

[0020] 一种乙二醇和丁二醇混合物缩醛/酮反应的高效反应精馏方法, 反应精馏塔 (T11) 塔顶气相 (S03) 经过塔顶冷凝器 (E1) 液相 (S04) 经过回流采出泵 (P1) 得到液相 (S05), 一部分作为回流 (S06), 另外一部分作为采出的醛/酮该股循环至反应精馏塔的塔釜进料 (S07), 精馏段的某处液相采出 (S08) 经进料泵 (P2) 后得到二醇缩醛/酮产物 (S09)。

[0021] 本发明的优点和有益效果如下:

[0022] 本发明所述的二醇缩醛/酮反应的高效反应精馏方法及装置, 其优点在于把放热的可逆的缩醛/酮反应安置在反应精馏塔的下段, 不仅很好的利用精馏促进了反应, 实现很高的转化率, 而且设备和热量均得到较佳的集成, 具有工艺流程简单、设备投资低、二醇转化率高、能耗低等优点, 可以使二醇缩醛/酮反应获得很好的经济效益。

[0023] 本发明的方法应用于乙二醇和丁二醇混合物的缩醛/酮反应中, 能够获得很高的转化率, 流程简单, 应用于煤制乙二醇或者生物质催化法制乙二醇或者其他工艺流程中混合乙二醇和丁二醇的缩醛/酮反应分离上, 能获得显著的经济效益。

附图说明

[0024] 图1为二醇缩醛/酮反应的高效反应精馏工艺流程示意图。

[0025] 图2为省略醛/酮回收塔的二醇缩醛/酮反应的高效反应精馏工艺流程示意图。

具体实施方式

[0026] 下面结合附图并通过具体实施例对本发明作进一步详述,以下实施例只是描述性的,不是限定性的,不能以此限定本发明的保护范围。

[0027] 第一部分

[0028] 本发明的技术方案如下:

[0029] 本发明提供一种二醇缩醛/酮反应的高效反应精馏装置,如图1所示,包括反应精馏塔(T11)、醛/酮回收塔(T12)、冷凝器、再沸器、泵以及相关的进料管线和连接以上设备的管线。二醇原料(S01)的进料管线连接到反应精馏塔(T11)反应精馏段的顶部,醛/酮(S02)的进料管线连接到反应精馏塔(T11)塔釜;反应精馏塔(T11)塔顶采出管线与醛/酮回收塔(T12)的进料管线相连;醛/酮回收塔(T12)塔顶采出连接至反应精馏塔(T11)的塔釜进料,循环使用,醛/酮回收塔(T12)塔釜采出为二醇缩醛/酮产物。

[0030] 其中反应精馏塔(T11)由精馏段和反应精馏段组成,精馏段使用填料或者塔盘,反应精馏段使用催化填料或者催化塔盘,催化剂采用固体酸或者固体碱树脂催化剂。

[0031] 所述的二醇缩醛/酮反应的高效反应精馏装置,可以在反应精馏塔(T11)的精馏段设置一段用于分离回收未反应的醛/酮的精馏段,从而节省醛/酮回收塔(T12),如图2所示。

[0032] 本发明的二醇缩醛/酮反应的高效反应精馏方法是:将二醇流股(S01)与醛/酮流股(S02)分别从反应精馏段的上部和塔釜进入到反应精馏塔(T11),在塔内反应精馏段进行缩醛/酮反应;反应精馏塔(T11)塔顶气相(S03)经过塔顶冷凝器(E1)液相(S04)经过反应精馏塔回流采出泵(P1)得到液相(S05),一部分作为回流(S06),另外一部分作为醛/酮回收塔(T12)的进料(S07);醛/酮回收塔(T12)塔顶气相(S08)经过塔顶冷凝器(E3)液相(S09)经过回流采出泵(P2)得到液相(S10),一部分作为塔顶回流(S11),另外一部分采出流股(S12)循环至反应精馏塔(T11)的塔釜进料,塔釜采出二醇缩醛/酮产物(S13)。

[0033] 所述的二醇缩醛/酮反应的高效反应精馏方法,其中醛可以是甲醛、乙醛、丙醛、丁醛等C1~C8的醛,酮可以是丙酮、丁酮、环己酮等C3~C8的酮,所述的二醇乙二醇、丙二醇、丁二醇的一种或者其混合物。

[0034] 如果醛/酮的分离回收在反应精馏塔上实现,其方法是:反应精馏塔(T11)塔顶气相(S03)经过塔顶冷凝器(E1)液相(S04)经过回流采出泵(P1)得到液相(S05),一部分作为回流(S06),另外一部分作为采出的醛/酮流股循环至反应精馏塔的塔釜进料(S07),精馏段的某处液相采出(S08)经进料泵(P2)后得到二醇缩醛/酮产物(S09)。

[0035] 在上述二醇缩醛/酮反应的高效反应精馏技术方案中,反应精馏塔操作压力以绝压计为0.05~10atm,回流比0.01~40,采用固体酸或固体碱树脂催化剂,控制进入反应精馏塔塔釜的醛/酮的量与处理的二醇的总量的摩尔配比为1~15;醛/酮回收塔操作压力以绝压计为0.1~10atm,回流比0.01~10,塔顶控制分离获得的醛/酮的纯度。

[0036] 为了完整说明上述方案的优越性,本发明提供以下具体实施方式。

[0037] 实施例1

[0038] 采用图1所示的流程,二醇为1,2-丁二醇,处理量450kg/hr,所用的醛/酮为乙醛,反应精馏塔总理板数为20,第7至20级为反应精馏段,使用大孔酸性阳离子树脂做催化剂,进入反应精馏塔的乙醛量与二醇总量的摩尔比为1.2:1,反应精馏塔操作压力以绝对压力计0.5atm,回流比0.17;醛/酮回收塔总理理论板数为19,操作压力以绝对压力计2atm,操作回流比1.8。

[0039] 经过上述过程后,丁二醇基本完全转化,转化率达99.8%以上。

[0040] 实施例2

[0041] 采用图1所示的流程,二醇为乙二醇和1,2-丁二醇的混合物,其中乙二醇含量61.6w%,处理量1000kg/hr,所用的醛/酮为丙醛,反应精馏塔总理板数为21,第7至21级为反应精馏段,使用强酸性分子筛(NKC-9)做催化剂,进入反应精馏塔的丙醛总量与二醇总量的摩尔比为1.3:1,反应精馏塔操作压力以绝对压力计0.5atm,回流比0.14;醛/酮回收塔总理理论板数为22,操作压力常压,操作回流比1.8。

[0042] 经过上述过程后,乙二醇和丁二醇均基本完全转化,乙二醇转化率达99.5%以上,丁二醇转化率达99.8%以上。

[0043] 实施例3

[0044] 采用图1所示的流程,二醇为乙二醇、1,2-丙二醇和1,2-丁二醇的混合物,组成为乙二醇61.6w%,1,2-丙二醇16.5w%,1,2-丁二醇21.9w%,处理量1500kg/hr,所用的醛/酮为乙醛,反应精馏塔总理板数为21,第7至21级为反应精馏段,使用金属杂多酸做催化剂,进入反应精馏塔的丙醛总量与二醇总量的摩尔比为1.25:1,反应精馏塔操作压力以绝对压力计0.5atm,回流比0.16;醛/酮回收塔总理理论板数为22,操作压力以绝对压力计为2atm,操作回流比1.8。

[0045] 经过上述过程后,乙二醇转化率达99.4%以上,1,2-丙二醇的转化率达99.5%以上,1,2-丁二醇转化率达99.8%以上。上述催化剂可以使用(大孔酸性阳离子树脂NCK-9)。

[0046] 实施例4

[0047] 将实施例2的原料情况采用图2所示的工艺流程处理,反应精馏塔总理板数为29,第16至29级为反应精馏段,使用大孔碱性阴离子树脂做催化剂,进入反应精馏塔的丙醛总量与二醇总量的摩尔比为1.18:1,反应精馏塔操作压力为常压,回流比16,二醇流股第15级理论板处进料,第11块理论板处侧线采出反应产物,塔顶控制丙醛的纯度以循环使用。

[0048] 经过上述过程后,乙二醇转化率达99.2%,1,2-丁二醇转化率达99.6%。

[0049] 第二部分

[0050] 本发明根据上述装置,将其具体化到乙二醇和丁二醇混合物缩醛/酮反应的高效反应精馏装置,包括反应精馏塔(T11)、醛/酮回收塔(T12)、冷凝器、再沸器、泵以及相关的进料管线和连接以上设备的管线。乙二醇和丁二醇混合物原料(S01)的进料管线连接到反应精馏塔(T11)反应精馏段的顶部,醛/酮(S02)的进料管线连接到反应精馏塔(T11)塔釜;反应精馏塔(T11)塔顶采出管线与醛/酮回收塔(T12)的进料管线相连;醛/酮回收塔(T12)塔顶采出连接至反应精馏塔(T11)的塔釜进料,循环使用,醛/酮回收塔(T12)塔釜采出为二醇缩醛/酮产物。其中反应精馏塔(T11)由精馏段和反应精馏段组成,精馏段使用填料或者塔盘,反应精馏段使用催化填料或者催化塔盘,催化剂采用固体酸或者固体碱树脂催化剂。

[0051] 对应的乙二醇和丁二醇混合物缩醛/酮反应的高效反应精馏方法是:将乙二醇和

丁二醇的混合二醇流股(S01)与醛/酮流股(S02)分别从反应精馏段的上部和塔釜进入到反应精馏塔(T11),在塔内反应精馏段进行缩醛/酮反应;反应精馏塔(T11)塔顶气相(S03)经过塔顶冷凝器(E1)液相(S04)经过反应精馏塔回流采出泵(P1)得到液相(S05),一部分作为回流(S06),另外一部分作为醛/酮回收塔(T12)的进料(S07);醛/酮回收塔(T12)塔顶气相(S08)经过塔顶冷凝器(E3)液相(S09)经过回流采出泵(P2)得到液相(S10),一部分作为塔顶回流(S11),另外一部分采出流股(S12)循环至反应精馏塔(T11)的塔釜进料,塔釜采出二醇缩醛/酮产物(S13)。

[0052] 如果醛/酮的分离回收在反应精馏塔上实现,其方法是:反应精馏塔(T11)塔顶气相(S03)经过塔顶冷凝器(E1)液相(S04)经过回流采出泵(P1)得到液相(S05),一部分作为回流(S06),另外一部分作为采出的醛/酮流股循环至反应精馏塔的塔釜进料(S07),精馏段的某处液相采出(S08)经进料泵(P2)后得到二醇缩醛/酮产物(S09)。

[0053] 本发明所述的乙二醇和丁二醇混合物缩醛/酮反应的高效反应精馏方法,其中醛可以是甲醛、乙醛、丙醛、丁醛等C1~C8的醛,酮可以是丙酮、丁酮、环己酮等C3~C8的酮。

[0054] 在上述乙二醇和丁二醇混合物缩醛/酮反应的高效反应精馏技术方案中,反应精馏塔操作压力以绝压计为0.1~5atm,回流比0.01~30,采用固体酸或固体碱树脂催化剂,控制进入反应精馏塔塔釜的醛/酮的量与处理的二醇的总量的摩尔配比为1~10;醛/酮回收塔操作压力以绝压计为0.2~10atm,回流比0.01~10,塔顶控制分离获得的醛/酮的纯度。

[0055] 具体应用实施例1

[0056] 采用图1所示的流程,乙二醇和丁二醇混合物中含乙二醇50.8w%,处理量10kg/hr,所用的醛/酮为乙醛,反应精馏塔总理板数为21,第7至21级为反应精馏段,使用大孔酸性阳离子树脂做催化剂,进入反应精馏塔的乙醛量与二醇总量的摩尔比为1.2:1,反应精馏塔操作压力以绝对压力计0.5atm,回流比0.16;醛/酮回收塔总理理论板数为20,操作压力以绝对压力计2atm,操作回流比1.7。

[0057] 经过上述过程后,乙二醇和丁二醇均基本完全转化。

[0058] 具体应用实施例2

[0059] 采用图1所示的流程,乙二醇和丁二醇混合物中含乙二醇61.6w%,处理量1000kg/hr,所用的醛/酮为丙醛,反应精馏塔总理板数为20,第7至20级为反应精馏段,使用金属杂多酸做催化剂,进入反应精馏塔的丙醛总量与二醇总量的摩尔比为1.3:1,反应精馏塔操作压力以绝对压力计0.5atm,回流比0.14;醛/酮回收塔总理理论板数为20,操作压力常压,操作回流比2。

[0060] 经过上述过程后,乙二醇和丁二醇均基本完全转化。

[0061] 具体应用实施例3

[0062] 采用图2所示的流程,乙二醇和丁二醇混合物中含乙二醇63.6w%,处理量100kg/hr,所用的醛/酮为乙醛。反应精馏塔总理板数为29,第16至29级为反应精馏段,使用强酸性分子筛做催化剂,进入反应精馏塔的丙醛总量与二醇总量的摩尔比为1.18:1,反应精馏塔操作压力为常压,回流比16,二醇流股第15级理论板处进料,第11块理论板处侧线采出反应产物,塔顶控制乙醛的纯度以循环使用。

[0063] 经过上述过程后,乙二醇转化率达99.7%,丁二醇转化率达99.8%。

[0064] 本发明提出的乙二醇和丁二醇混合物缩醛/酮反应的高效反应精馏装置与方法, 已通过较佳实施例进行了描述, 但并不受上述具体装置的限制, 相关技术人员明显能在不脱离本发明内容、精神和范围内对本文所述的设备和工艺流程进行改动或适当变换与调整, 来实现本发明技术。特别需要指出的是, 所有相类似的替换和改动对本领域技术人员来说是显而易见的, 他们都被视为包括在本发明精神、范围和内容中。

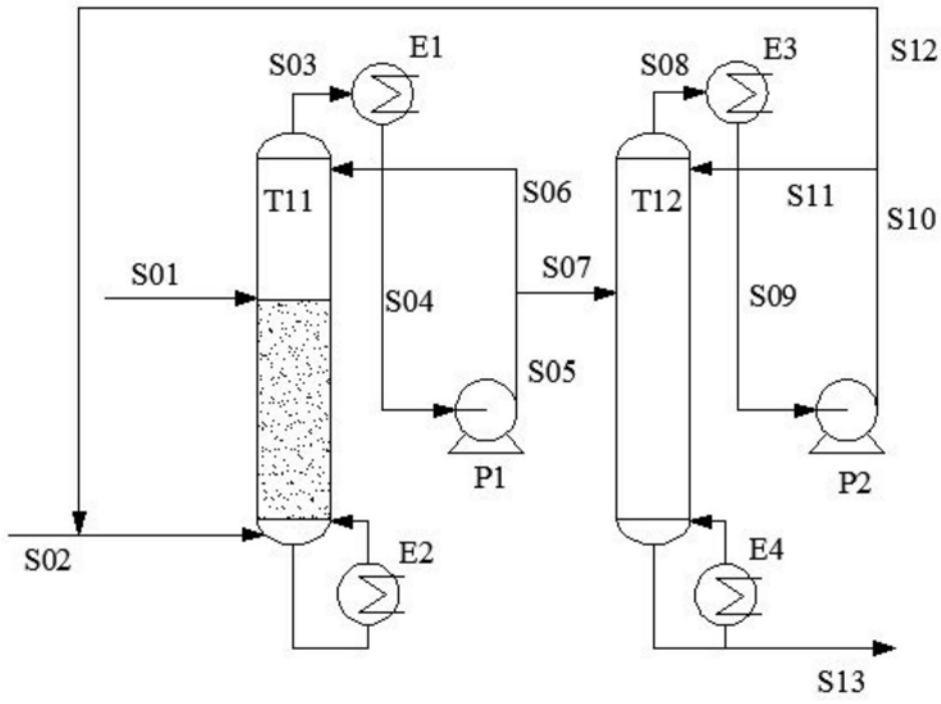


图1

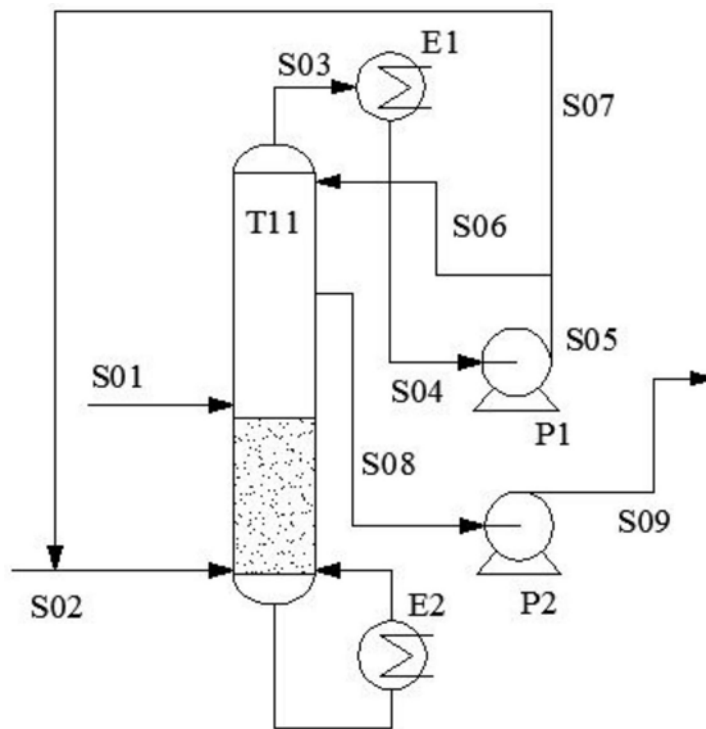


图2