



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106866409 A

(43)申请公布日 2017.06.20

(21)申请号 201710178464.5

C07C 53/08(2006.01)

(22)申请日 2017.03.23

(71)申请人 中石化上海工程有限公司

地址 200120 上海市静安区南京西路1910号-3幢

申请人 中石化炼化工程(集团)股份有限公司

(72)发明人 杨军 顾静苒 祁冰 严政 王东 何琨 张斌 李真泽

(74)专利代理机构 上海硕力知识产权代理事务所 31251

代理人 王法男

(51)Int.Cl.

C07C 51/42(2006.01)

C07C 51/48(2006.01)

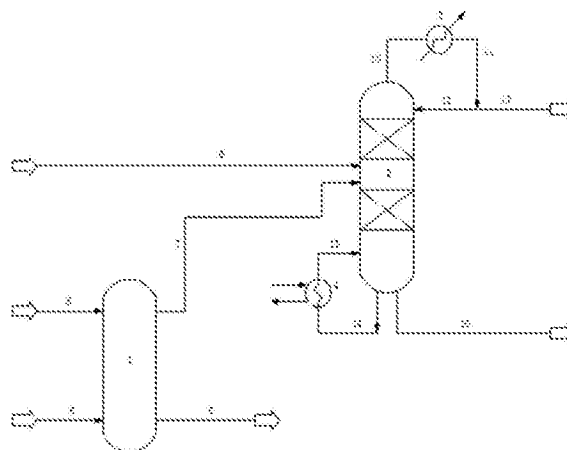
权利要求书1页 说明书6页 附图1页

(54)发明名称

醋酸环己酯萃取回收稀醋酸的方法

(57)摘要

本发明涉及一种醋酸环己酯萃取回收稀醋酸的方法,主要解决现有技术中工艺流程长、醋酸回收率低的问题。本发明通过采用一种醋酸环己酯萃取回收稀醋酸的方法,将醋酸环己酯作为萃取剂,首先萃取环己酮装置副产的稀醋酸,然后再精馏分离得到醋酸并回收再利用。由此,萃取塔萃余相废水中的醋酸含量<100ppm,醋酸环己酯含量<1.0%,萃取剂消耗率<0.10%;醋酸分离塔塔顶醋酸含量≥95.0%,塔底醋酸含量<100ppm,醋酸回收率≥99.0%的技术方案较好地解决了上述问题,可用于回收稀醋酸的工业生产中。



1. 一种醋酸环己酯萃取回收稀醋酸的方法, 环己酮装置副产的稀醋酸进入萃取塔顶部, 环己酮装置中间产品醋酸环己酯进入萃取塔底部, 两股物流通过逆流萃取的方式, 将稀醋酸中的醋酸萃取出来, 萃余相废水从萃取塔塔底流出外送, 萃取塔塔顶出料的萃取相从原醋酸分离塔进料的下部位置进入醋酸分离塔, 醋酸分离塔塔顶冷凝后的醋酸出料回收利用, 醋酸环己酯从醋酸分离塔塔底出料, 进入后续流程; 其中, 萃取塔操作温度为 $25\sim 55^{\circ}\text{C}$ , 操作压力为 $0.05\sim 0.60\text{MPaA}$ ; 萃取塔塔顶稀醋酸进料与萃取塔塔底醋酸环己酯进料的质量比 $=1:3.0\sim 15.0$ ; 萃取塔塔顶稀醋酸进料的醋酸质量浓度为 $35\sim 50\%$ , 温度为 $25\sim 55^{\circ}\text{C}$ , 压力为 $0.35\sim 0.65\text{MPaA}$ ; 萃取塔塔底醋酸环己酯进料的温度为 $25\sim 55^{\circ}\text{C}$ , 压力为 $0.35\sim 0.65\text{MPaA}$ ; 醋酸分离塔塔顶操作温度为 $105\sim 135^{\circ}\text{C}$ , 塔底操作温度为 $160\sim 190^{\circ}\text{C}$ , 操作压力为 $0.05\sim 0.28\text{MPaA}$ ; 醋酸分离塔的回流比 $=0.2\sim 12.0$ ; 醋酸分离塔进料流股的温度为 $120\sim 150^{\circ}\text{C}$ , 压力为 $0.10\sim 0.30\text{MPaA}$ 。

2. 根据权利要求1所述醋酸环己酯萃取回收稀醋酸的方法, 其特征在于萃取塔理论塔板数为 $20\sim 60$ , 醋酸分离塔理论塔板数为 $20\sim 60$ , 原醋酸分离塔进料位置为从上到下第 $7\sim 28$ 板处, 萃取塔塔顶出料的萃取相进料位置为从上到下第 $10\sim 40$ 板处。

3. 根据权利要求1所述醋酸环己酯萃取回收稀醋酸的方法, 其特征在于醋酸分离塔塔釜设有再沸器, 用低压蒸汽加热, 塔顶设有冷凝器, 用冷却水冷凝。

4. 根据权利要求1所述醋酸环己酯萃取回收稀醋酸的方法, 其特征在于萃取塔操作温度为 $30\sim 50^{\circ}\text{C}$ , 操作压力为 $0.10\sim 0.55\text{MPaA}$ ; 萃取塔塔顶稀醋酸进料的醋酸质量浓度为 $38\sim 48\%$ , 温度为 $30\sim 50^{\circ}\text{C}$ , 压力为 $0.40\sim 0.60\text{MPaA}$ ; 萃取塔塔底醋酸环己酯进料的温度为 $30\sim 50^{\circ}\text{C}$ , 压力为 $0.40\sim 0.60\text{MPaA}$ ; 醋酸分离塔塔顶操作温度为 $110\sim 130^{\circ}\text{C}$ , 塔底操作温度为 $165\sim 185^{\circ}\text{C}$ , 操作压力为 $0.08\sim 0.25\text{MPaA}$ ; 醋酸分离塔进料流股的温度为 $125\sim 145^{\circ}\text{C}$ , 压力为 $0.12\sim 0.28\text{MPaA}$ 。

5. 根据权利要求4所述醋酸环己酯萃取回收稀醋酸的方法, 其特征在于萃取塔操作温度为 $35\sim 45^{\circ}\text{C}$ ; 操作压力为 $0.15\sim 0.50\text{MPaA}$ ; 萃取塔塔顶稀醋酸进料的醋酸质量浓度为 $40\sim 45\%$ , 温度为 $35\sim 45^{\circ}\text{C}$ , 压力为 $0.45\sim 0.55\text{MPaA}$ ; 萃取塔塔底醋酸环己酯进料的温度为 $35\sim 45^{\circ}\text{C}$ , 压力为 $0.45\sim 0.55\text{MPaA}$ ; 醋酸分离塔塔顶操作温度为 $115\sim 125^{\circ}\text{C}$ , 塔底操作温度为 $170\sim 180^{\circ}\text{C}$ , 操作压力为 $0.10\sim 0.22\text{MPaA}$ ; 醋酸分离塔进料流股的温度为 $130\sim 140^{\circ}\text{C}$ , 压力为 $0.15\sim 0.25\text{MPaA}$ 。

6. 根据权利要求1所述醋酸环己酯萃取回收稀醋酸的方法, 其特征在于萃取相中水质含量为 $0.1\sim 8.0\%$ 。

7. 根据权利要求1所述醋酸环己酯萃取回收稀醋酸的方法, 其特征在于醋酸分离塔塔顶冷凝后的醋酸出料中水质含量为 $0.1\sim 5.0\%$ 。

8. 根据权利要求1所述醋酸环己酯萃取回收稀醋酸的方法, 其特征在于原醋酸分离塔进料中包括醋酸环己酯、稀醋酸。

## 醋酸环己酯萃取回收稀醋酸的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种醋酸环己酯萃取回收稀醋酸的方法。

### 背景技术

[0002] 醋酸是一种重要的轻工、化工原料,广泛应用于有机合成工业。在酯化加氢法生产环己酮工艺中,副产浓度小于50%的稀醋酸溶液,需要采用合理的工艺操作手段,将醋酸提浓后回收加以利用。

[0003] 普通精馏法技术成熟,工艺简单,虽然采用该方法醋酸与水不形成共沸物,但是醋酸和水的相对挥发度接近1,因此所需理论板数和回流比均比较大,能耗比较大,生产成本也高。而且,在高温条件下,分离含醋酸物料的设备材质要求很高,由此,大大提高了设备的投资费用。

[0004] 共沸精馏法是将一定量的共沸剂添加到稀醋酸溶液中,在精馏过程中与水形成共沸物并从塔顶蒸出,塔底得到目标产物醋酸。共沸精馏具有分离效率高、理论板数少、能耗低等特点,但引入工艺物料之外的共沸剂,需要额外回收并循环使用,而且该方法仅对于醋酸质量分数大于50%的醋酸溶液处理效果较好,若醋酸浓度低,则会消耗较多的共沸剂,增加分离难度及生产成本。同样,共沸精馏分离稀醋酸也存在设备材质要求较高,工程投资费用大的问题。

[0005] 专利申请号CN01136037.2一种回收稀醋酸的集成工艺方法及系统,以磷酸三丁酯与煤油混合的有机溶剂为萃取剂,利用萃取、真空蒸馏、溶剂再生、油洗等操作步骤回收稀醋酸,适用于醋酸含量为1%~15%的醋酸溶液,整套工艺醋酸的回收率达92%。

[0006] 专利申请号CN200610117869.X回收稀醋酸溶液中醋酸的方法,通过采用萃取分离、萃取剂回收、共沸精馏等单元操作回收醋酸,可用于从糠醛、醋酸甲酯水解和费托合成产生的稀醋酸中回收醋酸的工业生产中,由于该方法采用脉冲萃取分离工艺,醋酸的回收率可达83%~98%。

[0007] 专利申请号CN200910061402.1一种恒沸萃取精馏回收稀醋酸的方法,通过采用萃取分离、恒沸精馏、醋酸异丙酯回收等过程提浓回收醋酸,适用于双烯醇酮醋酸酯反应生成的浓度为10%~35%的稀醋酸,整套工艺醋酸的回收率达93%。

[0008] 专利申请号CN201010244907.4一种醋酸脱水方法,通过低浓度醋酸与萃取剂逆流萃取、萃取相和高浓度醋酸参与共沸精馏等操作,可以同时低浓度和高浓度醋酸进行脱水处理。

[0009] 专利申请号CN201110047273.8乙酸仲丁酯萃取—共沸精馏回收稀醋酸的方法,采用乙酸仲丁酯作为萃取剂和共沸剂,通过逆流萃取、萃取剂回收和共沸精馏相结合的操作,提浓回收稀醋酸,醋酸回收率高于95%。

[0010] 专利申请号CN201110148432.3一种采用萃取与共沸精馏相结合的稀醋酸回收方法,采用醋酸烷基酯和相应的醇的混合物作为萃取剂和共沸剂,通过逆流萃取、共沸精馏和溶剂回收相结合的操作,提浓并回收稀醋酸,醋酸回收率可达97.7%。

[0011] 专利申请号CN201110336009.6稀醋酸溶液提纯工艺及设备,采用萃取、分相、共沸精馏、蒸汽冷凝分离和回收萃取剂等操作步骤回收醋酸,可减少蒸汽和共沸剂消耗,醋酸回收率 $\geq 95\%$ 。

[0012] 在醋酸的工业生产或应用过程中,会产生大量的稀醋酸溶液或含醋酸的废水,因此每年排放的醋酸总量也很高,不仅造成资源浪费,也给环境造成了巨大危害。随着人们对经济效益和节能、环保的要求越来越高,回收醋酸具有很高的社会效益和经济效益。

[0013] 针对环己酮装置生产过程中副产的稀醋酸,普通精馏法若要达到较高的提浓指标,则能耗高、经济性差;若对提浓指标要求不高,则废水中醋酸含量相应增加,增加了废水处理难度。共沸精馏法引入新物料,在稀醋酸中的水含量高时,共沸剂消耗较大。同时,普通精馏法和共沸精馏法在高温精馏分离过程中,含醋酸的物料对设备材质要求很高,由此设备的工程投资也比较高。

[0014] 现有技术中的CN01136037.2和CN200910061402.1和CN201010244907.4和CN201110047273.8和CN201110148432.3和CN201110336009.6都采用萃取分离、共沸精馏、萃取剂回收等3步技术手段提浓稀醋酸溶液,醋酸回收率达 $92\% \sim 97.7\%$ 之间;而200610117869.X采用脉冲萃取分离工艺,醋酸回收率达 $83\% \sim 98\%$ 之间,因此现有技术均存在工艺流程长、设备投资大、操作过程复杂、运行能耗高、醋酸回收率低等问题。

[0015] 本发明提出一种兼顾节能、环保与经济效益的醋酸回收方法,充分利用环己酮装置工艺系统内的中间产物醋酸环己酯作为萃取剂回收稀醋酸。

## 发明内容

[0016] 本发明所要解决的技术问题是现有技术中工艺流程长、醋酸回收率低的问题,提供一种新的醋酸环己酯萃取回收稀醋酸的方法。该方法具有工艺流程短、醋酸回收率高的优点。

[0017] 为解决上述问题,本发明采用的技术方案如下:一种醋酸环己酯萃取回收稀醋酸的方法,环己酮装置副产的稀醋酸进入萃取塔顶部,环己酮装置中间产品醋酸环己酯进入萃取塔底部,两股物流通过逆流萃取的方式,将稀醋酸中的醋酸萃取出来,萃余相废水从萃取塔塔底流出外送,萃取塔塔顶出料的萃取相从原醋酸分离塔进料的下部位置进入醋酸分离塔,醋酸分离塔塔顶冷凝后的醋酸出料回收利用,醋酸环己酯从醋酸分离塔塔底出料,进入后续流程;其中,萃取塔操作温度为 $25 \sim 55^\circ\text{C}$ ,操作压力为 $0.05 \sim 0.60\text{MPaA}$ ;萃取塔塔顶稀醋酸进料与萃取塔塔底醋酸环己酯进料的质量比 $= 1:3.0 \sim 15.0$ ;萃取塔塔顶稀醋酸进料的醋酸质量浓度为 $35 \sim 50\%$ ,温度为 $25 \sim 55^\circ\text{C}$ ,压力为 $0.35 \sim 0.65\text{MPaA}$ ;萃取塔塔底醋酸环己酯进料的温度为 $25 \sim 55^\circ\text{C}$ ,压力为 $0.35 \sim 0.65\text{MPaA}$ ;醋酸分离塔塔顶操作温度为 $105 \sim 135^\circ\text{C}$ ,塔底操作温度为 $160 \sim 190^\circ\text{C}$ ,操作压力为 $0.05 \sim 0.28\text{MPaA}$ ;醋酸分离塔的回流比 $= 0.2 \sim 12.0$ ;醋酸分离塔进料流股的温度为 $120 \sim 150^\circ\text{C}$ ,压力为 $0.10 \sim 0.30\text{MPaA}$ 。

[0018] 上述技术方案中,优选地,萃取塔理论塔板数为 $20 \sim 60$ ,醋酸分离塔理论塔板数为 $20 \sim 60$ ,原醋酸分离塔进料位置为从上到下第 $7 \sim 28$ 板处,萃取塔塔顶出料的萃取相进料位置为从上到下第 $10 \sim 40$ 板处。

[0019] 上述技术方案中,优选地,醋酸分离塔塔釜设有再沸器,用低压蒸汽加热,塔顶设有冷凝器,用冷却水冷凝。

[0020] 上述技术方案中,优选地,萃取塔操作温度为30~50℃,操作压力为0.10~0.55MPaA;萃取塔塔顶稀醋酸进料的醋酸质量浓度为38~48%,温度为30~50℃,压力为0.40~0.60MPaA;萃取塔塔底醋酸环己酯进料的温度为30~50℃,压力为0.40~0.60MPaA;醋酸分离塔塔顶操作温度为110~130℃,塔底操作温度为165~185℃,操作压力为0.08~0.25MPaA;醋酸分离塔进料流股的温度为125~145℃,压力为0.12~0.28MPaA。

[0021] 上述技术方案中,更优选地,萃取塔操作温度为35~45℃;操作压力为0.15~0.50MPaA;萃取塔塔顶稀醋酸进料的醋酸质量浓度为40~45%,温度为35~45℃,压力为0.45~0.55MPaA;萃取塔塔底醋酸环己酯进料的温度为35~45℃,压力为0.45~0.55MPaA;醋酸分离塔塔顶操作温度为115~125℃,塔底操作温度为170~180℃,操作压力为0.10~0.22MPaA;醋酸分离塔进料流股的温度为130~140℃,压力为0.15~0.25MPaA。

[0022] 上述技术方案中,优选地,萃取相中水质量含量为0.1~8.0%。

[0023] 上述技术方案中,优选地,醋酸分离塔塔顶冷凝后的醋酸出料中水质量含量为0.1~5.0%。

[0024] 上述技术方案中,优选地,原醋酸分离塔进料中包括醋酸环己酯、稀醋酸。

[0025] 本发明涉及一种环己酮装置醋酸环己酯萃取回收稀醋酸的方法。由于环己酮装置生产工艺中副产的稀醋酸溶液需要回收后返回上游加以利用,因此本发明采用环己酮装置中间产物醋酸环己酯作为萃取剂,通过萃取塔将稀醋酸中的醋酸萃取出来,萃余相废水从萃取塔底排出,萃取相从萃取塔上部出料后,作为醋酸分离塔的进料之一,返回醋酸分离塔,从醋酸分离塔原进料流股的下部进料,通过该醋酸分离塔将醋酸与醋酸环己酯分离,醋酸从塔顶出料后返回上游加以利用,醋酸环己酯从塔底出料,进入后续分离流程。萃取塔进料组分中的醋酸和水以及醋酸环己酯通过逆流萃取操作,其中的绝大部分醋酸和醋酸环己酯从塔顶萃取相流出,由此将稀醋酸中的绝大部分醋酸萃取出来;含微量醋酸、醋酸环己酯的废水萃余相从塔底流出。萃取相返回醋酸分离塔进行醋酸与醋酸环己酯的分离,几乎全部的醋酸和少量水从塔顶流出,绝大部分的醋酸环己酯从塔底流出。与现有技术萃取分离、共沸精馏、萃取剂回收等三步工艺流程的技术手段提浓稀醋酸相比,本发明具有如下特点:(1)采用环己酮装置中间产物醋酸环己酯作为萃取剂,不需要引入系统外其它物料做萃取剂,避免了萃取剂回收的工艺过程;(2)采用常规精馏分离工艺方法,也不需要引入系统外其它物料做共沸剂,大大简化了精馏分离工艺过程;(3)采用常温逆流萃取操作,避免了共沸精馏需要的高温操作条件,从而降低了对设备材质的要求,节省了设备的工程投资。因此,采用本发明的环己酮装置醋酸环己酯萃取回收稀醋酸的方法,仅仅设置萃取塔和醋酸分离塔等两步技术手段就可以达到提浓稀醋酸的目的。由于采用本发明的醋酸提浓回收技术,利用环己酮装置工艺系统内的自身中间产物醋酸环己酯作为萃取剂,将环己酮装置副产稀醋酸中的醋酸充分萃取后返回进行物料精馏分离,萃取分离效果和精馏分离效果好,均可达到工艺要求,醋酸经过提浓分离可回收加以利用。不仅不需要引入系统外其它物料做萃取剂或共沸剂,简化了分离过程,而且常温逆流萃取避免了共沸精馏需要高温条件操作而对设备材质的要求,导致较高的设备投资,较好地解决了现有技术存在的问题。本发明利用环己酮装置工艺系统内的中间产物醋酸环己酯作为萃取剂进行逆流萃取,回收环己酮装置副产的稀醋酸。萃取相再进行精馏分离得到醋酸并加以回收利用,萃余相废水排往污水处理系统。由此,优化了操作过程、降低了设备投资、减少了运行能耗。萃取塔塔底萃余

相废水中的醋酸含量 $<100\text{ppm}$ ,醋酸环己酯含量 $<1.0\%$ ,萃取剂消耗率 $<0.10\%$ ;醋酸分离塔塔顶出料醋酸含量 $\geq 95.0\%$ ,塔底出料醋酸含量 $<100\text{ppm}$ ,醋酸回收率 $\geq 99.0\%$ 。具有工艺流程短、醋酸回收率高的特点,取得了较好的技术效果。

### 附图说明

[0026] 图1为本发明所述方法的流程示意图。

[0027] 图1中,1萃取塔、2醋酸分离塔、3塔顶冷凝器、4塔釜再沸器、5稀醋酸进料、6醋酸环己酯进料、7萃取相、8萃余相废水出料、9原醋酸分离塔进料、10塔顶气相出料、11塔顶冷凝液、12塔顶液相回流、13塔顶醋酸出料、14塔釜液相出料、15塔釜气相回流、16塔底醋酸环己酯出料。

[0028] 下面通过实施例对本发明作进一步的阐述,但不仅限于本实施例。

### 具体实施方式

#### [0029] 【实施例1】

[0030] 本发明利用环己酮装置中间产品醋酸环己酯作为萃取剂,将环己酮装置副产的稀醋酸进行醋酸与水的萃取精馏分离以回收醋酸再利用。环己酮装置生产规模为10万吨/年。

[0031] 如图1所示,环己酮装置副产的稀醋酸进料(5)进入萃取塔(1)顶部,环己酮装置中间产品醋酸环己酯进料(6)进入萃取塔(1)底部,两股物流通过逆流萃取的方式,将稀醋酸(5)中的醋酸萃取出来。萃余相废水(8)从萃取塔(1)塔底流出外送。萃取相(7)从萃取塔(1)塔顶出料,返回醋酸分离塔(2),从该塔原醋酸分离塔进料(9)的下部进料。醋酸分离塔(2)塔顶冷凝后的塔顶醋酸出料(13)返回加以利用;塔底醋酸环己酯出料(16)进入后续流程。

[0032] 工艺参数如下:萃取塔操作温度为 $43^{\circ}\text{C}$ ,操作压力为 $0.25\text{MPaA}$ ,萃取塔塔顶稀醋酸进料与萃取塔塔底醋酸环己酯进料的质量比 $=1:4.5$ ,萃取塔塔顶稀醋酸进料的醋酸浓度为 $42\%$ (质量),温度为 $43^{\circ}\text{C}$ ,压力为 $0.35\text{MPaA}$ ,萃取塔塔底醋酸环己酯进料的温度为 $43^{\circ}\text{C}$ ,压力为 $0.45\text{MPaA}$ ,醋酸分离塔塔顶操作温度为 $116^{\circ}\text{C}$ ,塔底操作温度为 $181^{\circ}\text{C}$ ,操作压力为 $0.15\text{MPaA}$ ,回流比 $=5.5$ ,醋酸分离塔进料流股的温度为 $141^{\circ}\text{C}$ ,压力为 $0.18\text{MPaA}$ 。萃取塔理论塔板数为42,醋酸分离塔理论塔板数为48,原醋酸分离塔进料位置为从上到下第17板处,萃取塔塔顶出料的萃取相进料位置为从上到下第25板处,萃取塔塔顶萃取相中水质量含量为 $2.4\%$ ,醋酸分离塔塔顶醋酸出料中水质量含量为 $3.2\%$ 。

[0033] 运行结果如下:萃取塔塔底萃余相废水中的醋酸含量为 $99\text{ppm}$ ,醋酸环己酯含量为 $1.0\%$ ,萃取剂消耗率为 $0.10\%$ ;醋酸分离塔塔顶出料醋酸含量为 $95.1\%$ ,塔底出料醋酸含量为 $98\text{ppm}$ ,醋酸回收率 $99.0\%$ 。

#### [0034] 【实施例2】

[0035] 按照实施例1所述的条件和步骤,仅仅环己酮装置生产规模改为20万吨/年。

[0036] 工艺参数如下:萃取塔操作温度为 $50^{\circ}\text{C}$ ,操作压力为 $0.46\text{MPaA}$ ,萃取塔塔顶稀醋酸进料与萃取塔塔底醋酸环己酯进料的质量比 $=1:6.3$ ,萃取塔塔顶稀醋酸进料的醋酸浓度为 $49\%$ (质量),温度为 $50^{\circ}\text{C}$ ,压力为 $0.56\text{MPaA}$ ,萃取塔塔底醋酸环己酯进料的温度为 $50^{\circ}\text{C}$ ,压力为 $0.61\text{MPaA}$ ,醋酸分离塔塔顶操作温度为 $118^{\circ}\text{C}$ ,塔底操作温度为 $186^{\circ}\text{C}$ ,操作压力为 $0.16\text{MPaA}$ ,回流比 $=6.7$ ,醋酸分离塔进料流股的温度为 $148^{\circ}\text{C}$ ,压力为 $0.22\text{MPaA}$ 。萃取塔理

论塔板数为46,醋酸分离塔理论塔板数为52,原醋酸分离塔进料位置为从上到下第19板处,萃取塔塔顶出料的萃取相进料位置为从上到下第28板处,萃取塔塔顶萃取相中水质量含量为2.2%,醋酸分离塔塔顶醋酸出料中水质量含量为3.0%。

[0037] 运行结果如下:萃取塔塔底萃余相废水中的醋酸含量为98ppm,醋酸环己酯含量为0.9%,萃取剂消耗率为0.09%;醋酸分离塔塔顶出料醋酸含量为95.2%,塔底出料醋酸含量为96ppm,醋酸回收率99.1%。

[0038] **【实施例3】**

[0039] 按照实施例1所述的条件和步骤,仅仅环己酮装置生产规模改为40万吨/年。

[0040] 工艺参数如下:萃取塔操作温度为32℃,操作压力为0.21MPaA,萃取塔塔顶稀醋酸进料与萃取塔塔底醋酸环己酯进料的质量比=1:8.9,萃取塔塔顶稀醋酸进料的醋酸浓度为39%(质量),温度为32℃,压力为0.38MPaA,萃取塔塔底醋酸环己酯进料的温度为32℃,压力为0.41MPaA,醋酸分离塔塔顶操作温度为111℃,塔底操作温度为176℃,操作压力为0.14MPaA,回流比=9.1,醋酸分离塔进料流股的温度为131℃,压力为0.17MPaA。萃取塔理论塔板数为44,醋酸分离塔理论塔板数为51,原醋酸分离塔进料位置为从上到下第18板处,萃取塔塔顶出料的萃取相进料位置为从上到下第27板处,萃取塔塔顶萃取相中水质量含量为2.3%,醋酸分离塔塔顶醋酸出料中水质量含量为3.1%。

[0041] 运行结果如下:萃取塔塔底萃余相废水中的醋酸含量为95ppm,醋酸环己酯含量为0.9%,萃取剂消耗率为0.09%;醋酸分离塔塔顶出料醋酸含量为95.3%,塔底出料醋酸含量为94ppm,醋酸回收率99.2%。

[0042] **【实施例4】**

[0043] 按照实施例2所述的条件和步骤,环己酮装置生产规模为20万吨/年,仅仅工艺参数改变。

[0044] 工艺参数如下:萃取塔操作温度为25℃,操作压力为0.05MPaA,萃取塔塔顶稀醋酸进料与萃取塔塔底醋酸环己酯进料的质量比=1:3.0,萃取塔塔顶稀醋酸进料的醋酸浓度为35%(质量),温度为25℃,压力为0.35MPaA,萃取塔塔底醋酸环己酯进料的温度为25℃,压力为0.35MPaA,醋酸分离塔塔顶操作温度为105℃,塔底操作温度为160℃,操作压力为0.05MPaA,回流比=0.2,醋酸分离塔进料流股的温度为120℃,压力为0.10MPaA。萃取塔理论塔板数为60,醋酸分离塔理论塔板数为60,原醋酸分离塔进料位置为从上到下第28板处,萃取塔塔顶出料的萃取相进料位置为从上到下第40板处,萃取塔塔顶萃取相中水质量含量为0.1%,醋酸分离塔塔顶醋酸出料中水质量含量为5.0%。

[0045] 运行结果如下:萃取塔塔底萃余相废水中的醋酸含量为98ppm,醋酸环己酯含量为1.0%,萃取剂消耗率为0.10%;醋酸分离塔塔顶出料醋酸含量为95.0%,塔底出料醋酸含量为98ppm,醋酸回收率99.0%。

[0046] **【实施例5】**

[0047] 按照实施例2所述的条件和步骤,环己酮装置生产规模为20万吨/年,仅仅工艺参数改变。

[0048] 工艺参数如下:萃取塔操作温度为55℃,操作压力为0.60MPaA,萃取塔塔顶稀醋酸进料与萃取塔塔底醋酸环己酯进料的质量比=1:15.0,萃取塔塔顶稀醋酸进料的醋酸浓度为50%(质量),温度为55℃,压力为0.65MPaA,萃取塔塔底醋酸环己酯进料的温度为55℃,

压力为0.65MPaA,醋酸分离塔塔顶操作温度为135℃,塔底操作温度为190℃,操作压力为0.28MPaA,回流比=12.0,醋酸分离塔进料流股的温度为150℃,压力为0.30MPaA。萃取塔理论塔板数为20,醋酸分离塔理论塔板数为20,原醋酸分离塔进料位置为从上到下第7板处,萃取塔塔顶出料的萃取相进料位置为从上到下第10板处,萃取塔塔顶萃取相中水质量含量为8.0%,醋酸分离塔塔顶醋酸出料中水质量含量为0.1%。

[0049] 运行结果如下:萃取塔塔底萃余相废水中的醋酸含量为98ppm,醋酸环己酯含量为1.0%,萃取剂消耗率为0.10%;醋酸分离塔塔顶出料醋酸含量为95.1%,塔底出料醋酸含量为98ppm,醋酸回收率99.0%。

[0050] 【对比例】

[0051] 现有技术采用萃取分离、共沸精馏、萃取剂回收等3步流程提浓稀醋酸溶液,醋酸回收率达83%~98%之间。



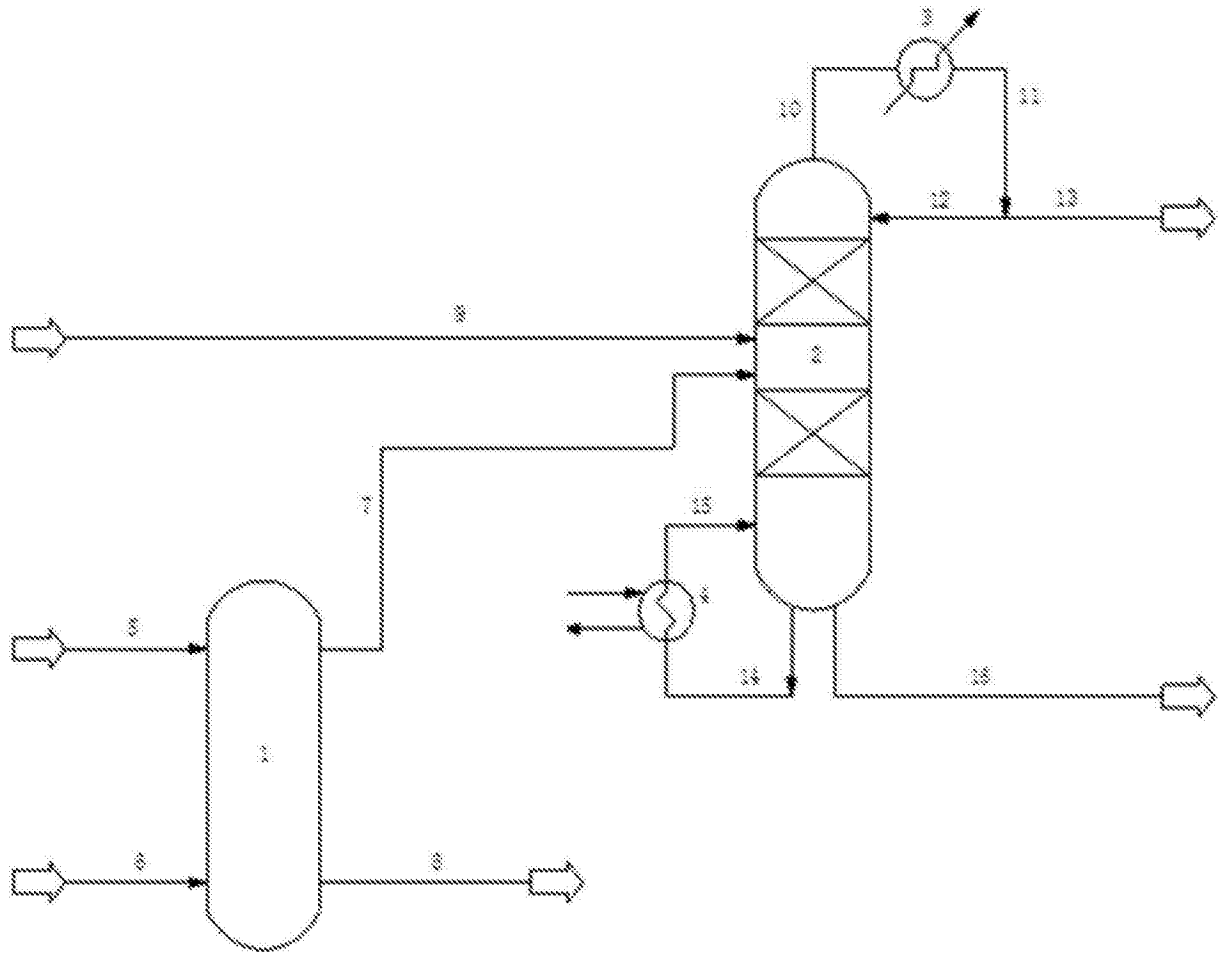


图1