



(12) 实用新型专利

(10) 授权公告号 CN 216367899 U

(45) 授权公告日 2022. 04. 26

(21) 申请号 202122191308.7

(22) 申请日 2021.09.10

(73) 专利权人 天津渤化永利化工股份有限公司
地址 300452 天津市滨海新区临港经济区
渤海十路3369号

(72) 发明人 李伟宏 谢智勇 李治水 张波
陈威 李满枝

(74) 专利代理机构 天津市北洋有限责任专利代
理事务所 12201

代理人 吴学颖

(51) Int. Cl.

B01J 8/06 (2006.01)

B01J 19/10 (2006.01)

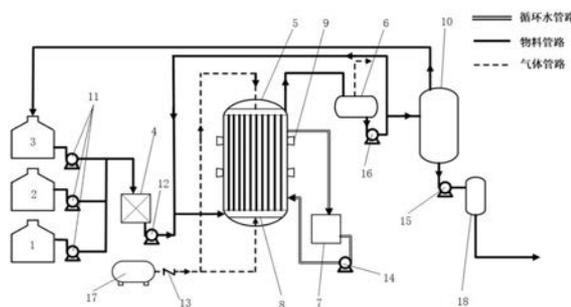
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 实用新型名称

一种连续合成戊二醛的反应装置

(57) 摘要

本实用新型公开了一种连续合成戊二醛的反应装置:环戊烯原料罐、过氧化氢原料罐、溶剂原料罐出料口均连接原料混合器进料口;列管式反应器壳程进口与壳程出口之间连接恒温水箱;列管式反应器进料口与原料混合器出料口连接,出料口与缓冲罐进料口连接;列管式反应器两端均设置与空气压缩机连接的气体分布器;列管式反应器外壁设置超声波换能器;缓冲罐出料口分别连接列管式反应器进料口和精馏塔进料口;精馏塔塔顶出料口连接溶剂原料罐进料口,塔釜出料口连接产品罐。本实用新型以超声空化协同微米级气泡共同作用,在保证反应效率和选择性前提下实现连续合成戊二醛。



1. 一种连续合成戊二醛的反应装置,其特征在于,包括环戊烯原料罐(1)、过氧化氢原料罐(2)、溶剂原料罐(3)、原料混合器(4)、列管式反应器(5)、缓冲罐(6)、恒温水箱(7)、气体分布器(8)、超声波换能器(9)、精馏塔(10)和产品罐(18);

所述环戊烯原料罐(1)、过氧化氢原料罐(2)、溶剂原料罐(3)的出料口均通过管路连接原料混合器(4)的进料口;所述列管式反应器(5)管程的一端与列管式反应器(5)的进料口相连通,管程的另一端与列管式反应器(5)的出料口相连通,所述列管式反应器(5)的壳程进口通过进水管路与恒温水箱(7)出水口相连接,壳程出口通过出水管路与恒温水箱(7)进水口相连接;所述列管式反应器(5)的进料口经进料管道与原料混合器(4)的出料口相连接,列管式反应器(5)的出料口经出料管道与缓冲罐(6)的进料口相连接;其中,所述列管式反应器(5)内部设置有与其管程相连通的气体分布器(8),所述气体分布器(8)均通过气体管路与空气压缩机(17)相连接;所述列管式反应器(5)的外壁沿周向均匀设置有超声波换能器(9);

所述缓冲罐(6)的出料口分别与列管式反应器(5)的进料口和精馏塔(10)的进料口相连接,缓冲罐(6)的顶端设置有不凝气出口;所述精馏塔(10)塔顶的出料口与溶剂原料罐(3)的进料口相连接,所述精馏塔(10)塔釜的出料口与产品罐(18)相连。

2. 根据权利要求1所述的连续合成戊二醛的反应装置,其特征在于,所述列管式反应器(5)内部的上端或下端或上下两端至少设置有一个与管程相连通的气体分布器(8)。

3. 根据权利要求1所述的连续合成戊二醛的反应装置,其特征在于,所述列管式反应器(5)与缓冲罐(6)串联成组,至少设置一组,当大于一组时采用多组并联方式连接。

4. 根据权利要求1所述的连续合成戊二醛的反应装置,其特征在于,所述恒温水箱(7)与列管式反应器(5)数量一致,每个列管式反应器(5)的壳程均连接一个恒温水箱(7)。

5. 根据权利要求1所述的连续合成戊二醛的反应装置,其特征在于,所述超声波换能器(9)个数优选为6个。

一种连续合成戊二醛的反应装置

技术领域

[0001] 本实用新型涉及一种合成戊二醛的装置,更具体地说,是涉及一种连续合成戊二醛的反应装置。

背景技术

[0002] 戊二醛(Glutaraldehyde,GA)是一种重要的化工产品,有杀菌、消毒、交联固化蛋白质等特性,是高效的杀菌消毒剂、鞣革剂、食品防腐剂、组织固化剂和蛋白质交联剂等,被广泛应用于石油开采、医疗卫生、皮革鞣制、蛋白质化学、食品和化妆品制造等领域。戊二醛相比其他的消毒剂具有杀菌效率高、本身毒性小、杀菌范围广、金属腐蚀性小、稳定性好等优点,被誉为继甲醛和环氧乙烷后消毒剂发展史上的第三个里程碑。

[0003] 目前戊二醛的工业生产路线丙烯醛两步合成法(吡喃法),该反应主要由加成和水解两部分组成:首先乙烯基乙醚和丙烯醛进行加成反应,得到中间体环合物2-乙氧基-3,4-二氢吡喃;该环合物再经过酸的催化发生水解,得到粗产物戊二醛,粗产物再经进一步脱色、过滤、蒸出乙醇后得到目标产物戊二醛产品。该工艺流程产率较高,可达80%以上,缺点是所用原料乙烯基乙醚和丙烯醛毒性较高,闪点低、沸点低且化学性质十分活泼,运输过程危险性和成本较高,导致吡喃法的原材料价格居高不下,产品利润空间十分有限。

[0004] 在除吡喃法外的众多合成方法中,环戊烯氧化法是其中较具发展前景的合成路线之一。随着石油化工的发展,由C5馏分中的环戊二烯选择加氢可制得廉价而丰富的环戊烯,因而用环戊烯直接氧化合成戊二醛受到广泛的重视,成为近年来新合成路线的焦点。环戊烯催化氧化工艺路线主要有臭氧氧化法、氧化物氧化法、环戊基邻二醇氧化法、空气氧化法及过氧化氢氧化法。其中过氧化氢氧化法由于氧化剂成本较低、工艺清洁最具竞争力。因石油化工副产大量环戊烯,而过氧化氢价廉易得,大大降低了戊二醛的生产成本,且该工艺的反应条件温和,基本无污染,故环戊烯氧化制戊二醛路线极具工业应用前景。

[0005] 但是该工艺路线反应耗时较长,且非均相反应的化学反应速率较低,难于实现连续化生产。以往的方法采用间歇式操作(CN1348948A,CN1490294A,CN1044454A)且关注点多在于催化剂的制备方法和制备工艺(CN1911889A,CN1425498A,CN1446631A)。

实用新型内容

[0006] 本实用新型的目的是为了克服现有技术中的不足,提供一种高效连续合成戊二醛的反应装置,装置中设有超声波换能器和气泡发生装置(气体分布器+空气压缩机),以超声空化协同微米级气泡共同作用,在保证反应效率和选择性前提下实现连续合成戊二醛;同时取消了搅拌装置,避免了反应釜的晃动以及接口处难于密封的问题。

[0007] 本实用新型的目的是通过以下技术方案实现的。

[0008] 本实用新型连续合成戊二醛的反应装置,包括环戊烯原料罐、过氧化氢原料罐、溶剂原料罐、原料混合器、列管式反应器、缓冲罐、恒温水箱、气体分布器、超声波换能器、精馏塔和产品罐;

[0009] 所述环戊烯原料罐、过氧化氢原料罐、溶剂原料罐的出料口均通过管路连接原料混合器的进料口；所述列管式反应器管程的一端与列管式反应器的进料口相连通，管程的另一端与列管式反应器的出料口相连通，所述列管式反应器的壳程进口通过进水管路与恒温水箱出水口相连接，壳程出口通过出水管路与恒温水箱进水口相连接；所述列管式反应器的进料口经进料管道与原料混合器的出料口相连接，列管式反应器的出料口经出料管道与缓冲罐的进料口相连接；其中，所述列管式反应器内部设置有与其管程相连通的气体分布器，所述气体分布器均通过气体管路与空气压缩机相连接；所述列管式反应器的外壁沿周向均匀设置有超声波换能器；

[0010] 所述缓冲罐的出料口分别与列管式反应器的进料口和精馏塔的进料口相连接，缓冲罐的顶端设置有不凝气出口；所述精馏塔塔顶的出料口与溶剂原料罐的进料口相连接，所述精馏塔塔釜的出料口与产品罐相连。

[0011] 所述列管式反应器内部的上端或下端或上下两端至少设置有一个与管程相连通的气体分布器。

[0012] 所述列管式反应器与缓冲罐串联成组，至少设置一组，当大于一组时采用多组并联方式连接。

[0013] 所述恒温水箱与列管式反应器数量一致，每个列管式反应器的壳程均连接一个恒温水箱。

[0014] 所述超声波换能器个数优选为6个。

[0015] 与现有技术相比，本实用新型的技术方案所带来的有益效果是：

[0016] (1) 本实用新型利用列管式反应器串联缓冲罐的设置，可以确保环戊烯的转化率，提高操作的灵活性。通过多组列管式反应器+缓冲罐的并联可以在确保原料转化率的同时实现反应的连续化操作，提高了装置的产能和效率。

[0017] (2) 本实用新型在每个所述列管式反应器的外壁上还固定安装有若干超声波换能器，沿列管式反应器的周向均匀设置，以便在列管式反应器内部的各个方向均能产生超声波，从而对管程内的物料进行多角度全方向的超声空化作用。在所述列管式反应器内侧顶部和底部均设置有一个或多个气体分布器，用于控制气相形成一定尺寸的微米级气泡。超声波和微米级气泡的共同作用实现非均相反应体系的充分传质。

[0018] (3) 本实用新型装置和工艺结构简单合理，使用方便，适于推广，不用搭建钢结构平台来对反应装置进行固定；无需搅拌设备，避免了常用釜式装置搅拌设备接口处的密封问题，便于装置后期日常维护。

附图说明

[0019] 图1是本实用新型连续合成戊二醛的反应装置示意图。

[0020] 图2是列管式反应器的横截面图。

[0021] 附图标记：1-环戊烯原料罐，2-过氧化氢原料罐，3-溶剂原料罐，4-原料混合器，5-列管式反应器，6-缓冲罐，7-恒温水箱，8-气体分布器，9-超声波换能器，10-精馏塔，11-原料泵，12-进料泵，13-逆止阀，14-循环水泵，15-出料泵，16-缓冲泵，17-空气压缩机，18-产品罐。

具体实施方式

[0022] 下面结合附图对本实用新型作进一步的描述。

[0023] 如图1所示,本实用新型连续合成戊二醛的反应装置,包括环戊烯原料罐1、过氧化氢原料罐2、溶剂原料罐3、原料混合器4、列管式反应器5、缓冲罐6、恒温水箱7、气体分布器8、超声波换能器9、精馏塔和产品罐10。

[0024] 所述环戊烯原料罐1、过氧化氢原料罐2、溶剂原料罐3的出料口均通过管路连接用于原料混合的原料混合器4的进料口,其中,环戊烯原料罐1、过氧化氢原料罐2、溶剂原料罐3与原料混合器4之间的管路上均可设置有原料泵11。如2所示,所述列管式反应器5包括管程和壳程,列管式反应器5的管程由1根或多根列管并联而成,列管为圆柱状或正六棱柱状,管程内填装有固体酸催化剂。管程用于物料混合和流动,管程的一端与列管式反应器5的进料口相连接,管程的另一端与列管式反应器5的出料口相连接。所述列管式反应器5的壳程进口通过进水管路与恒温水箱7出水口相连接,壳程出口通过出水管路与恒温水箱7进水口相连接,且该出水管路上可设置有循环水泵14。所述列管式反应器5的进料口经进料管道与原料混合器4的出料口相连接,列管式反应器5的出料口经出料管道与缓冲罐6的进料口相连接,且该出料管道上可设置有进料泵12。

[0025] 所述列管式反应器5与缓冲罐6串联成组,至少设置一组,当大于一组时可采用多组并联方式连接,提高了装置的产能和效率,缓冲罐6的数量与列管式反应器5一致,通过列管式反应器5与缓冲罐6的串联,可以确保环戊烯的转化率,提高操作的灵活性;通过多组列管式反应器5+缓冲罐6的并联可以提高装置的产能和效率。所述恒温水箱7与列管式反应器5数量一致,每个列管式反应器5的壳程均通过循环水管路连接一个恒温水箱7,恒温水箱7用于向壳程通入恒温水,可为管程内的物料提供适宜的反应条件,以保持管程内的温度恒定。恒温水箱7和空气压缩机17均采用现有技术制造。

[0026] 在每个所述列管式反应器5的外壁上还固定安装有若干超声波换能器9,沿列管式反应器5的周向均匀设置,以便在列管式反应器5内部的各个方向均能产生超声波,从而对管程内的物料进行多角度全方向的超声空化作用。超声波换能器9可将输入的电功率转化成超声波再传递至物料体系,利用超声波在液体中传播时的超声空化等物理效应,促进管程内的物料进行快速混合反应,提高反应效率。优选的,每个列管式反应器5外设置六个超声波换能器9。

[0027] 在所述列管式反应器5内部的上端或下端或上下两端设置有一个或多个与列管式反应器管程相连接的气体分布器8,所述气体分布器8均通过气体管路与空气压缩机17相连接,且该气体管路上可设置有逆止阀13。气体分布器8用于控制气相形成一定尺寸的微米级气泡,超声+微气泡的共同作用能够显著提高非均相反应的时空效率,超声能量聚集于气泡周围,能够产生剧烈的液体湍动,强化物料的混合和接触效率,促进非均相体系的传质传热。由空气压缩机17产生的气体经与列管式反应器5底部和顶部相连的气体管路通过气体分布器8分别进入列管式反应器5的管程中,其中以位于列管式反应器5底部的气体管道和气体分布器8为主,以位于列管式反应器5顶部的气体管道和气体分布器8为辅。

[0028] 所述缓冲罐6的顶端设置有不凝气出口,所述缓冲罐6的出料口分别与列管式反应器5的进料口和精馏塔10的进料口相连接,由缓冲罐6卸出的物料可选择进入精馏塔10或是经进料管路返回列管式反应器5。所述精馏塔10塔顶的出料口通过管路与溶剂原料罐3的进

料口相连接,所述精馏塔10塔釜的出料口与产品罐18相连。其中,所述缓冲罐6的出料口可与缓冲泵16入口连接,缓冲泵16出口分别与列管式反应器5的进料口和精馏塔10的进料口相连接。所述精馏塔10塔顶出料口与溶剂原料罐3进料口之间的管路上可设置有出料泵15。其中,所述精馏塔由包含2-5块塔板的提馏段和3-10块塔板的精馏段构成,所述提馏段和精馏段设置有无规则填料或者结构化填料。

[0029] 本实用新型连续合成戊二醛的反应装置的工作流程:

[0030] 将环戊烯、过氧化氢及溶剂(如甲醇、异丙醇以及四氢呋喃等)经原料混合器4混合,同时开启循环水泵14,使列管式反应器的壳程内充水并达指定温度(32.0℃~42.0℃),开启超声波换能器9和空气压缩机17,将混合后的物料通入列管式反应器5的管程中,在超声+微气泡的共同作用下,环戊烯和过氧化氢在管程中填装的固体酸催化剂的催化作用下发生氧化反应。反应后的物料通入缓冲罐6中,在缓冲罐6中取样口对物料进行取样分析,视环戊烯转化率确定物料下一步走向,当环戊烯转化率 $\geq 50.0\%$ 时,缓冲罐6中的物料直接通入精馏塔10进行溶剂分离和产品精制,反之,缓冲罐6中的物料经由进料管道返回列管式反应器5中继续氧化反应;溶剂由精馏塔10塔顶馏出返回溶剂原料罐3循环使用,塔釜得到戊二醛产品。如此循环往复,由原料罐输入至列管式反应器5的物料经混合反应后进入缓冲罐6,实现连续化反应。

[0031] 尽管上面结合附图对本实用新型的功能及工作过程进行了描述,但本实用新型并不局限于上述的具体功能和工作过程,上述的具体实施方式仅仅是示意性的,而不是限制性的,本领域的普通技术人员在本实用新型的启示下,在不脱离本实用新型宗旨和权利要求所保护的范围情况下,还可以做出很多形式,这些均属于本实用新型的保护之内。

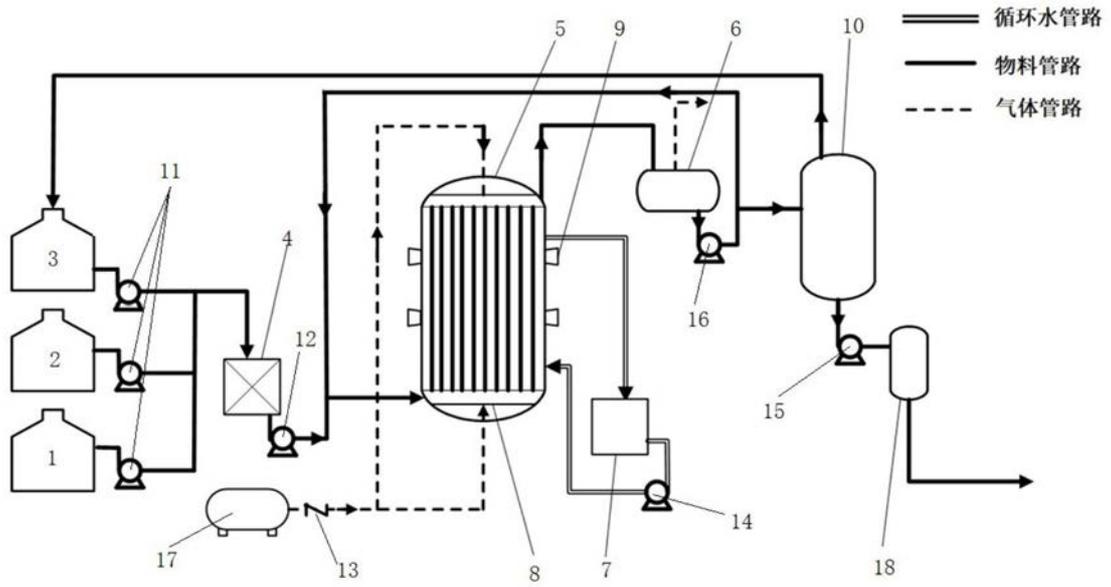


图1

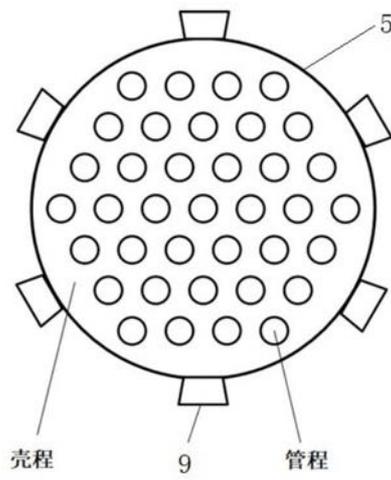


图2