



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 112047823 A

(43) 申请公布日 2020.12.08

(21) 申请号 202010729064.0

B01J 8/00 (2006.01)

(22) 申请日 2020.07.27

(71) 申请人 南京延长反应技术研究院有限公司

地址 210047 江苏省南京市江北新区罐区南路88号

(72) 发明人 张志炳 张锋 杨建 魏世明

罗华勋 周政

(51) Int. Cl.

C07C 45/36 (2006.01)

C07C 45/82 (2006.01)

C07C 47/55 (2006.01)

C07C 51/265 (2006.01)

C07C 51/44 (2006.01)

C07C 63/70 (2006.01)

B01J 27/128 (2006.01)

B01J 8/08 (2006.01)

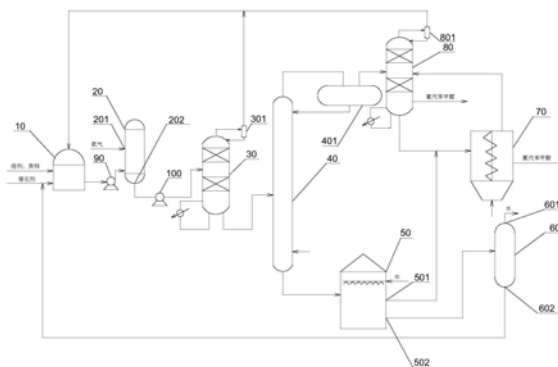
权利要求书1页 说明书7页 附图1页

(54) 发明名称

一种卤代苯甲醛的制备系统及方法

(57) 摘要

本发明提供了一种卤代苯甲醛的制备系统及方法,制备系统包括:依次连接的配料罐、气液强化反应器;溶剂、卤代甲苯以及催化剂进入到配料罐混合均匀后,进入到气液强化反应器进行强化反应,气液强化反应器的侧壁设置有氧气进口,气液强化反应器的底部设置有混合物料出口;混合物料出口连接精馏塔进行精馏分离,从精馏塔塔底流出的物质进入闪蒸塔分离,从闪蒸塔塔顶出来的物质去往产品塔进行产品纯化,得到卤代苯甲醛。本发明提供的制备系统提高了原料的利用率,能够同时得到纯度在99wt%以上的卤代苯甲醛和纯度在98wt%以上的卤代苯甲酸,能够较好地实现催化剂、溶剂的循环,具有反应效率高,能耗低,三废少的优点。



1. 一种卤代苯甲醛的制备系统,其特征在于,包括:依次连接的配料罐、气液强化反应器;

溶剂、卤代甲苯以及催化剂进入到所述配料罐混合均匀后,进入到所述气液强化反应器进行强化反应,所述气液强化反应器的侧壁设置有用新鲜氧气进入的氧气进口,所述气液强化反应器的底部设置有混合物料出口;

所述混合物料出口连接精馏塔进行精馏分离,从精馏塔塔底流出的物质进入闪蒸塔分离,从所述闪蒸塔塔顶出来的物质去往产品塔进行产品纯化,得到卤代苯甲醛。

2. 根据权利要求1所述的制备系统,其特征在于,所述精馏塔的塔顶设置有第一塔顶冷凝器,从所述第一塔顶冷凝器采出的溶剂以及未反应的原料返回所述配料罐。

3. 根据权利要求2所述的制备系统,其特征在于,所述产品塔的塔顶设置有第二塔顶冷凝器,从所述第二塔顶冷凝器采出的残留溶剂以及卤代甲苯返回所述配料罐。

4. 根据权利要求1所述的制备系统,其特征在于,从闪蒸塔塔底出来的物质去往水洗塔进行水洗除杂,水洗塔的侧壁上从上到下依次设置有卤代苯甲酸出口以及催化剂出口,所述催化剂出口连接蒸发器以用于催化剂的回收,所述卤代苯甲酸出口出来的物质与所述产品塔的底部出来的物质汇合后收集。

5. 根据权利要求4所述的制备系统,其特征在于,所述蒸发器的顶部设置有水相出口用于分离水相,所述蒸发器的底部设置有催化剂回收口,所述催化剂回收口连接所述配料罐以用于催化剂的返回利用。

6. 根据权利要求4所述的制备系统,其特征在于,所述卤代苯甲酸出口出来的物质与所述产品塔的底部出来的物质汇合后去往搅拌分离罐以分离卤代苯甲酸与卤代苯甲醛,向所述搅拌分离罐中通入卤代甲苯以利用卤代苯甲酸与卤代苯甲醛溶解度的不同进行分离。

7. 根据权利要求6所述的制备系统,其特征在于,从所述搅拌分离罐中分离出的卤代苯甲酸采出收集,分离出的卤代苯甲醛从所述产品塔的中段通入。

8. 根据权利要求1-7任一项所述的制备系统,其特征在于,闪蒸塔的塔顶设置有分离罐,从所述分离罐顶部分离出的气相去往所述产品塔,从所述分离罐底部分离出的液相返回所述闪蒸塔。

9. 采用权利要求1-8任一项所述的卤代苯甲醛制备系统的制备方法,其特征在于,包括:

将溶剂、卤代甲苯、催化剂混合均匀后与氧气进行强化反应,然后依次经过精馏、闪蒸、继续精馏。

10. 根据权利要求9所述的制备方法,其特征在于,所述强化反应的压力0.5-3MPa,温度为70-100℃。

一种卤代苯甲醛的制备系统及方法

技术领域

[0001] 本发明涉及卤代甲苯的选择性催化合成卤代苯甲醛领域,具体而言,涉及一种卤代苯甲醛的制备系统及方法。

背景技术

[0002] 卤代甲苯氧化的产物主要为卤代苯甲酸,应用MC催化剂和传统工艺条件,卤代甲苯可全部氧化为卤代苯甲酸,但该反应很难带来经济效益。因此,控制氧化深度,使氧化产物停留在卤代苯甲醛则有着很重要的工业实现价值与意义。对卤苯甲醛用于医药农药生产等领域,如镇静药芬那露、氨苯酚酸等医药原料及中间体的制备;卤代苯甲醛则可用作医药、染料中间体。近年来,随着此类精细化工产品需求的急剧增长,无论在工业化生产还是有机合成方面,邻、对卤苯甲醛都备受关注。

[0003] 传统制备卤代苯甲醛的方法为卤化水解法。采用该方法所得的卤代苯甲醛中含有卤元素,应用广泛程度不及不含卤元素的产物。而氧化卤代甲苯生产卤代苯甲醛的过程,反应消耗原料与氧气而且得到产物之外只产生少量的副产物与水。副产物经过纯化处理可以带来额外的经济效益,并且反应中的催化剂与溶剂都可回收利用,整个反应不会造成额外的污染,且具有很高的原子经济性。因此,卤代甲苯选择性氧化生产邻、对卤苯甲醛符合绿色化工的要求,极具工业前景。

[0004] 在采用卤代甲苯选择性氧化生产邻、对卤苯甲醛的工艺过程中,传统的气液反应器,如搅拌反应器、鼓泡反应器和搅拌鼓泡反应器都存在着氧气利用率低、废气处理难的问题。

[0005] 有鉴于此,特提出本发明。

发明内容

[0006] 本发明的第一目的在于提供一种卤代苯甲醛的制备系统,该制备系统通过采用气液强化反应器之后,相较于以往所使用的反应器,其降低了能耗,降低了反应温度,提高了反应产率,提高了原料的利用率,能够同时得到纯度在99wt%以上的卤代苯甲醛和纯度在98wt%以上的卤代苯甲酸,能够较好地实现催化剂、溶剂的循环,具有反应效率高,能耗低,三废少的优点。

[0007] 本发明的第二目的在于提供一种采用上述制备系统进行合成卤代苯甲醛的方法,反应得到的卤代苯甲醛纯度高、收率高。

[0008] 为了实现本发明的上述目的,特采用以下技术方案:

[0009] 本发明提供了一种卤代苯甲醛的制备系统,包括:依次连接的配料罐、气液强化反应器;

[0010] 溶剂、卤代甲苯以及催化剂进入到所述配料罐混合均匀后,进入到所述气液强化反应器进行强化反应,所述气液强化反应器的侧壁设置有用于新鲜氧气进入的氧气进口,所述气液强化反应器的底部设置有混合物料出口;

[0011] 所述混合物料出口连接精馏塔进行精馏分离,从精馏塔塔底流出的物质进入闪蒸塔分离,从所述闪蒸塔塔顶出来的物质去往产品塔进行产品纯化,得到卤代苯甲醛。

[0012] 本发明的制备系统采用了气液强化反应器代替了以往的反应器,提高了反应传质效果,随着对卤代苯甲醛需求的不断增长,选择性氧化卤代甲苯,生产无游离卤元素的卤代苯甲醛的工艺显得尤为重要。正因为如此,无尾气的气液强化反应器的应用可促进气-液反应的进行,提高反应的选择性;在此基础上,寻找可行的方法来实现对反应选择性的调控,从而根据市场需要选择产物与副产物,有极强的工业应用价值。

[0013] 无尾气循环强化反应器可以实现没有废气排放,氧气通过恒压通入保持供给与需求间的平衡,安全性较高;并且液面上方气相可多次被送入反应器底部重复反应,氧气利用率高;料液混合效果好,有利于强化传质与传热,加快反应速率,改善浓度和温度分布,减少副反应的发生,提高反应的选择性,很适合应用在该反应中。

[0014] 具体地,上述气液强化反应器之所以可以实现无尾气,因为在反应器内部将上置式的微界面发生器与下置式的微界面发生器进行结合应用,尤其是上置式的微界面发生器是设置有进气管的,并利用反应器内部液体循环卷吸作为动力,将停留在反应器内部液面之上的卤气通过进气管卷吸进来,从而实现无尾气的效果。因此上置式的微界面发生器类型为液动式,通过液体卷吸提供动力将卤气卷吸进来进一步吸收,下置式的微界面发生器的类型为气动式,以将进入到反应器内的氧气进行分散破碎,从而将大气泡分散成小气泡,提高反应传质效果。

[0015] 至于在气液强化反应器内部设置的微界面发生器本身属于现有技术。在先专利中已有体现,如申请号CN201610641119.6、201610641251.7、CN201710766435.0、CN106187660、CN105903425A、CN109437390A、CN205833127U及CN207581700U的专利。在先专利CN201610641119.6中详细介绍了微米气泡发生器(即微界面发生器)的具体产品结构和工作原理,该申请文件中记载了“微米气泡发生器包括本体和二次破碎件、本体内具有空腔,本体上设有与空腔连通的进口,空腔的相对的第一端和第二端均敞开,其中空腔的横截面积从空腔的中部向空腔的第一端和第二端减小;二次破碎件设在空腔的第一端和第二端中的至少一个处,二次破碎件的一部分设在空腔内,二次破碎件与空腔两端敞开的通孔之间形成一个环形通道。微米气泡发生器还包括进气管和进液管。”从该申请文件中公开的具体结构可以知晓其具体工作原理为:液体通过进液管切向进入微米气泡发生器内,超高速旋转并切割气体,使气体气泡破碎成微米级别的微气泡,从而提高液相与气相之间的传质面积,而且该专利中的微米气泡发生器属于气动式微界面发生器。

[0016] 另外,在先专利201610641251.7中有记载一次气泡破碎器具有循环液进口、循环气进口和气液混合物出口,二次气泡破碎器则是将进料口与气液混合物出口连通,说明气泡破碎器都是需要气液混合进入,另外从后面的附图中可知,一次气泡破碎器主要是利用循环液作为动力,所以其实一次气泡破碎器属于液动式微界面发生器,二次气泡破碎器是将气液混合物同时通入到椭圆形的旋转球中进行旋转,从而在旋转的过程中实现气泡破碎,所以二次气泡破碎器实际上是属于气液联动式微界面发生器。其实,无论是液动式微界面发生器,还是气液联动式微界面发生器,都属于微界面发生器的一种具体形式,然而本发明所采用的微界面发生器并不局限于上述几种形式,在先专利中所记载的气泡破碎器的具体结构只是本发明微界面发生器可采用的其中一种形式而已。

[0017] 此外,在先专利201710766435.0中记载到“气泡破碎器的原理就是高速射流以达到气体相互碰撞”,并且也阐述了其可以用于微界面强化反应器,验证本身气泡破碎器与微界面发生器之间的关联性;而且在先专利CN106187660中对于气泡破碎器的具体结构也有相关的记载,具体见说明书中第[0031]-[0041]段,以及附图部分,其对气泡破碎器S-2的具体工作原理有详细的阐述,气泡破碎器顶部是液相进口,侧面是气相进口,通过从顶部进来的液相提供卷吸动力,从而达到粉碎成超细气泡的效果,附图中也可见气泡破碎器呈锥形的结构,上部的直径比下部的直径要大,也是为了液相能够更好的提供卷吸动力。由于在先专利申请的初期,微界面发生器才刚研发出来,所以早期命名为微米气泡发生器(CN201610641119.6)、气泡破碎器(201710766435.0)等,随着不断技术改进,后期更名为微界面发生器,现在本发明中的微界面发生器相当于之前的微米气泡发生器、气泡破碎器等,只是名称不一样。

[0018] 综上所述,本发明的微界面发生器属于现有技术,虽然有的气泡破碎器属于气动式气泡破碎器类型,有的气泡破碎器属于液动式气泡破碎器类型,还有的属于气液联动式气泡破碎器类型,但是类型之间的差别主要是根据具体工况的不同进行选择,另外关于微界面发生器与反应器、以及其他设备的连接,包括连接结构、连接位置,根据微界面发生器的结构而定,此不作限定。

[0019] 在气液强化反应器内,溶剂、卤代甲苯以及催化剂、氧气进行选择催化氧化,溶剂一般选择为醋酸和水,催化剂一般选择为醋酸钴、硫酸锰、溴化钾等,反应后从混合物料出口进入到精馏塔中继续精馏。在混合物料出口与精馏塔之间设置有输送泵以用于将反应后的混合物料输送到精馏塔中。

[0020] 优选地,作为进一步可实施的方式,所述精馏塔的塔顶设置有第一塔顶冷凝器,从所述第一塔顶冷凝器采出的溶剂以及未反应的原料返回所述配料罐。

[0021] 精馏塔的塔顶气相中含有醋酸95.8wt%、卤代甲苯2.5wt%、其他组分1.7wt%,为了对这部分物料充分回收,通过冷凝后一部分重新返回精馏塔中,另外一部分返回到配料罐中。

[0022] 优选地,作为进一步可实施的方式,所述产品塔的塔顶设置有第二塔顶冷凝器,从所述第二塔顶冷凝器采出的残留溶剂以及卤代甲苯返回所述配料罐。

[0023] 产品塔的塔顶气相中含有99.5wt%以上的未反应的原料卤代甲苯,通过冷凝后一部分返回产品塔中,另外一部分通过管路返回到配料罐中回收利用。

[0024] 优选地,作为进一步可实施的方式,从闪蒸塔塔底出来的物质去往水洗塔进行水洗除杂,水洗塔的侧壁上从上到下依次设置有卤代苯甲酸出口以及催化剂出口,所述催化剂出口连接蒸发器以用于催化剂的回收,所述卤代苯甲酸出口出来的物质与所述产品塔的底部出来的物质汇合后收集。

[0025] 从精馏塔塔底出来的物质去往闪蒸塔进行闪蒸,闪蒸塔的压力为0.05Bar,利用残余热量进行闪蒸,得到的气相组成为卤代甲苯75.0%、卤代苯甲醛21.7%、卤代苯甲酸3.3%,去往产品塔进行继续精馏。闪蒸后的液相组成为对卤代甲苯11.0%、卤代苯甲醛13.4%、卤代苯甲酸75.6%,进入水洗塔进行水洗除杂,使催化剂溶于水中从而与有机物料分离。之后溶于水中的催化剂后续采用蒸发器蒸发的方式回收催化剂。

[0026] 优选地,作为进一步可实施的方式,所述蒸发器的顶部设置有水相出口用于分离

水相,所述蒸发器的底部设置有催化剂回收口,所述催化剂回收口连接所述配料罐以用于催化剂的返回利用。通过蒸发器进行催化剂的回收,蒸发得到的水采出后可循环使用。

[0027] 优选地,作为进一步可实施的方式,所述卤代苯甲酸出口出来的物质与所述产品塔的底部出来的物质汇合后去往搅拌分离罐以分离卤代苯甲酸与卤代苯甲醛,向所述搅拌分离罐中通入卤代甲苯以利用卤代苯甲酸与卤代苯甲醛溶解度的不同进行分离。

[0028] 产品塔的塔顶得到99.5%以上的未反应的原料卤代甲苯,将其沿管路送回配料罐回收利用;塔底侧线采出产品卤代苯甲醛,纯度可达99.5%以上,产品塔的底部出来的物质与水洗回收催化剂之后的有机物料合并,送入搅拌分离罐中,利用醛与酸在原料卤代甲苯中溶解度的不同,加入卤代甲苯,使卤代苯甲醛溶解。

[0029] 优选地,作为进一步可实施的方式,分离出的卤代苯甲酸采出收集,分离出的卤代苯甲醛从所述产品塔的中段通入。卤代甲苯溶解的那部分沿管路回到产品塔继续进行分离。由于卤代甲苯带走大部分的卤代苯甲醛,因此即可得到纯度在98.0%以上的卤代苯甲酸,直接将卤代苯甲酸采出收集。

[0030] 优选地,作为进一步可实施的方式,闪蒸塔的塔顶设置有分离罐,从所述分离罐顶部分离出的气相去往所述产品塔,从所述分离罐底部分离出的液相返回所述闪蒸塔。分离罐的设立可以提高闪蒸塔的闪蒸分离效果。

[0031] 本发明的制备系统中可根据实际需要在相应的设备之间连接的管道上设置泵体。

[0032] 本发明还提供了一种卤代苯甲醛的制备方法,包括如下步骤:

[0033] 将溶剂、卤代甲苯、催化剂混合均匀后与氧气进行强化反应,然后依次经过精馏、闪蒸、继续精馏。

[0034] 优选地,所述强化反应的压力0.5-3MPa,温度为70-100℃。

[0035] 通过采用本发明的卤代苯甲醛的制备方法,反应温度低、压力大幅度下降,产能高。

[0036] 与现有技术相比,本发明的有益效果在于:

[0037] (1) 本发明的卤代苯甲醛的制备系统通过使用气液强化反应器,降低了能耗,降低了反应温度,提高了反应产率,提高了原料的利用率;

[0038] (2) 无尾气循环强化反应器可以实现没有废气排放,氧气通过恒压通入保持供给与需求间的平衡,安全性较高;

[0039] (3) 本发明的制备系统能够同时得到纯度在99wt%以上的卤代苯甲醛和纯度在98wt%以上的卤代苯甲酸;

[0040] (4) 本发明的制备系统能够较好地实现催化剂、溶剂的循环,具有反应效率高,能耗低,三废少的优点。

附图说明

[0041] 通过阅读下文优选实施方式的详细描述,各种其他的优点和益处对于本领域普通技术人员将变得清楚明了。附图仅用于示出优选实施方式的目的,而并不认为是对本发明的限制。而且在整个附图中,用相同的参考符号表示相同的部件。在附图中:

[0042] 图1为本发明实施例提供的卤代苯甲醛的制备系统的结构示意图。

[0043] 附图说明:

[0044]	10-配料罐；	20-气液强化反应器；
[0045]	201氧气进口；	202-混合物料出口；
[0046]	30-精馏塔；	301-第一塔顶冷凝器；
[0047]	40-闪蒸塔；	401-分离罐；
[0048]	50-水洗塔；	501-卤代苯甲酸出口；
[0049]	502-催化剂出口；	60-蒸发器；
[0050]	601-水相出口；	602-催化剂回收口；
[0051]	70-搅拌分离罐；	80-产品塔；
[0052]	801-第二塔顶冷凝器。	90-料液泵；
[0053]	100-混合物料泵。	

具体实施方式

[0054] 下面将结合附图和具体实施方式对本发明的技术方案进行清楚、完整地描述,但是本领域技术人员将会理解,下列所描述的实施例是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例,仅用于说明本发明,而不应视为限制本发明的范围。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。实施例中未注明具体条件者,按照常规条件或制造商建议的条件进行。所用试剂或仪器未注明生产厂商者,均为可以通过市售购买获得的常规产品。

[0055] 在本发明的描述中,需要说明的是,术语“中心”、“上”、“下”、“左”、“右”、“竖直”、“水平”、“内”、“外”等指示的方位或位置关系为基于附图所示的方位或位置关系,仅是为了便于描述本发明和简化描述,而不是指示或暗示所指的装置或元件必须具有特定的方位、以特定的方位构造和操作,因此不能理解为对本发明的限制。此外,术语“第一”、“第二”、“第三”仅用于描述目的,而不能理解为指示或暗示相对重要性。

[0056] 在本发明的描述中,需要说明的是,除非另有明确的规定和限定,术语“安装”、“相连”、“连接”应做广义理解,例如,可以是固定连接,也可以是可拆卸连接,或一体地连接;可以是机械连接,也可以是电连接;可以是直接相连,也可以通过中间媒介间接相连,可以是两个元件内部的连通。对于本领域的普通技术人员而言,可以具体情况理解上述术语在本发明中的具体含义。

[0057] 为了更加清晰的对本发明中的技术方案进行阐述,下面以具体实施例的形式进行说明。

[0058] 实施例

[0059] 参阅图1所示,以氯代甲苯选择性氧化生成氯代苯甲醛为例,具体包括:

[0060] 步骤1:将氯代甲苯、溶剂(醋酸)及催化剂(Co/Mn/Br复合催化剂)、助催化剂(碱金属化合物)通入配料罐10中进行混合;原料在料液泵90的作用下沿管路进入气液强化反应器20;氧气通过氧气进口201进入到气液强化反应器20的底部;气液强化反应器20为无尾气排放的气液强化反应器20,可以提高氧气利用率以减少能耗;反应完成后,混合物料(氯代甲苯、氯代苯甲醛、氯代苯甲酸、催化剂、溶剂)混合物料出口202经管路由混合物料泵100送入精馏塔30中,进行后续精馏分离;

[0061] 步骤2:混合物料经管路进入精馏塔30中;精馏塔30为减压操作,溶剂、未反应的氯

代甲苯从塔顶经过第一塔顶冷凝器301采出并沿管路回到配料罐10中,损耗的溶剂还可通过管路进行补加;塔釜物料温度较高,沿管路进入闪蒸塔40中;

[0062] 步骤3:闪蒸塔40的压力为0.01~0.05Bar,使其中大部分的氯代甲苯、氯代苯甲醛气化,罐底成分主要为氯代苯甲酸、催化剂和少量的氯代甲苯和氯代苯甲醛。气化物料经塔顶的分离罐401分离后,分离罐401顶部分离出的气相去往产品塔80,分离罐401底部分离出的液相返回所述闪蒸塔40,产品塔80为减压塔,塔顶采出氯代甲苯和残留的溶剂通过第二塔顶冷凝器801冷凝后沿管路回到配料罐10,塔底气相采出氯代苯甲醛(纯度>99.6%),塔釜主要为氯代苯甲酸和少量的氯代苯甲醛。氯代苯甲酸主要存在从产品塔80的塔釜出来的物质,以及从闪蒸塔40的塔底出来的物质中,其中从闪蒸塔40塔底出来的物质去往水洗塔50进行水洗除杂,进行水洗、蒸发操作以回收催化剂,水洗之后从水洗塔50侧壁的卤代苯甲酸出口501出来的物质和产品塔80的塔釜出来的物质合并通入搅拌分离罐70以分离获得较高纯度的氯代苯甲酸。

[0063] 步骤4:氯代苯甲酸粗品中还残留着所需产物氯代苯甲醛,利用其在原料氯代甲苯中溶解度的不同,对氯甲苯经管路通入搅拌分离罐70可洗去大部分的氯代苯甲醛,即可得到纯度98%以上的氯代苯甲酸。含有氯代苯甲醛的氯代甲苯原料可直接通过管路从产品塔80的中段进入到产品塔80中。

[0064] 步骤5:进入水洗塔50水洗除杂后,使催化剂溶于水从而与有机物料分离。之后溶于水中的催化剂从催化剂出口502出来之后,后续采用蒸发器60蒸发的方式回收催化剂,蒸发器60的顶部设置有水相出口601,底部设置有催化剂回收口602,蒸发得到的水采出后可循环使用,不存在废水排放,催化剂则返回到配料罐10中循环利用。

[0065] 在本发明的氯代甲苯选择性氧化生产氯代苯甲醛的新工艺中,步骤1目的是进行氯代甲苯的氧化反应,并应用无尾气循环强化反应器进行过程强化;氯代甲苯氧化反应过程所使用的溶剂为工业常用的溶剂醋酸,催化剂为Co/Mn/Br复合催化剂,氧化剂采用氧气以解决尾气排放污染问题,助催化剂为简单的碱金属化合物;整个反应过程耗时较短,能耗低,并且原料易得,成本较低。

[0066] 步骤2目的是通过减压精馏,分离出溶剂以及未反应的氯代甲苯,塔顶回收物料可循环至配料罐10回收利用。

[0067] 步骤3目的利用精馏塔30塔釜物料温度较高的特点,通过一步闪蒸即可分离出大部分的产物氯代苯甲醛,再通过减压精馏塔30即可得到高纯度的产品,催化剂可通过水洗蒸发的方式进行回收利用,分离出原料、主要产物、催化剂之后,物料汇总到一起即可得到氯代苯甲酸粗品,进行下一步的分离纯化。

[0068] 步骤4的目的则是将氯代苯甲酸中的氯代苯甲醛回收分离,得到主要产物的同时得到高纯度的副产品氯代苯甲酸,提高经济效益。

[0069] 在上述实施例中,泵体的个数并没有具体要求,可根据需要在相应的位置设置。

[0070] 以下简要说明本发明的氯代苯甲醛制备系统的工作过程和原理:

[0071] 氮气吹扫制备系统中的各个设备,然后开车进行操作,将对氯甲苯、醋酸、催化剂(醋酸钴、硫酸锰、溴化钾)分别送入配料罐10中混合;混合均匀后通入气液强化反应器20中,氧气也通入到气液强化反应器20中,待氧气充满整个反应器并达到预定压力后,打开反应器中的循环装置,升温,开始反应,通过管道上设置的阀门及流量计调控循环流量,根据

反应器内压力,适时补入氧源;达到反应时间后,混合物料送入到精馏塔30中,经过精馏塔30顶气相中含醋酸95.8% (wt)、对氯甲苯2.5% (wt)、其他组分1.7% (wt),将其返回配料罐10循环利用;塔釜物料利用残余热量进行闪蒸,闪蒸塔40压力为0.05Bar,得到的气相组成为对氯甲苯75.0%、对氯苯甲醛21.7%、对氯苯甲酸3.3%,将其通入产品塔80;闪蒸后的液相组成为对氯甲苯11.0%、对氯苯甲醛13.4%、对氯苯甲酸75.6%,将其通入水洗塔50,喷淋水洗,使催化剂溶于水中与有机物料分离,之后采用蒸发的方式回收催化剂,蒸发得到的水可循环使用。对通入产品塔80的物料进行精馏,塔顶得到99.5%以上的未反应的原料对氯甲苯,将其送回配料罐10回收利用;塔底侧线采出产品对氯苯甲醛,纯度可达99.5%以上;塔釜物料与水洗回收催化剂之后的有机物料合并,通入搅拌分离罐70,利用醛与酸在原料对氯甲苯中溶解度的不同,加入对氯甲苯,使对氯苯甲醛溶解回到产品塔80进行分离;对氯甲苯带走大部分的对氯苯甲醛即可得到纯度在98.0%以上的对氯苯甲酸。

[0072] 最后应说明的是:以上各实施例仅用以说明本发明的技术方案,而非对其限制;尽管参照前述各实施例对本发明进行了详细的说明,本领域的普通技术人员应当理解:其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分或者全部技术特征进行等同替换;而这些修改或者替换,并不使相应技术方案的本质脱离本发明各实施例技术方案的范围。

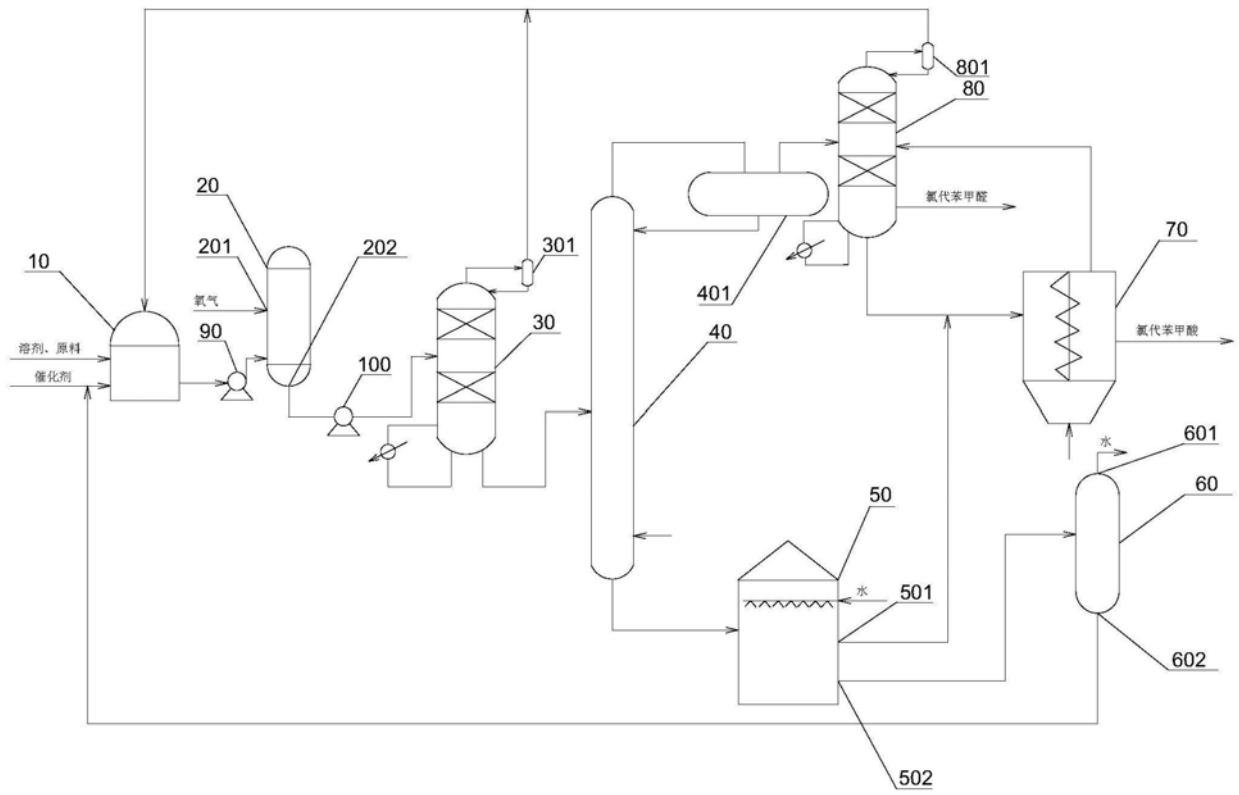


图1