



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103664505 B

(45) 授权公告日 2015.06.24

(21) 申请号 201310721153.0

(22) 申请日 2013.12.24

(73) 专利权人 山东海益化工科技有限公司

地址 256800 山东省滨州市沾化县经济开发区富源五路西侧

(72) 发明人 王吉峰 薄纯金 李胜军 宋朋斌

(74) 专利代理机构 济南舜源专利事务有限公司 37205

代理人 宋玉霞

(51) Int. Cl.

C07C 21/067(2006.01)

C07C 17/10(2006.01)

C07C 17/38(2006.01)

(56) 对比文件

US 5504266 A, 1996.04.02,

张旭之. 丙烯衍生物工学. 《丙烯衍生物工

学》. 1995,

刘江波. 高温氯化法生产氯丙烯的技术经济分析. 《石油规划设计》. 1993, 第4卷(第4期),

审查员 王静平

权利要求书1页 说明书3页

(54) 发明名称

一种氯丙烯生产工艺

(57) 摘要

本发明属于化工技术领域,具体涉及一种氯丙烯生产工艺。该氯丙烯生产工艺,包括如下步骤:液氯与丙烯经加热汽化后进入氯化反应器反应,得到粗氯丙烯;粗氯丙烯经过四道热交换器和氯化物冷却器后进入冷凝蒸出塔,从该塔中盐酸被分离出来;然后进入脱丙烯塔,从该塔中丙烯被分离出来;然后进入脱重组份塔,从该塔中D-D混剂被分离出来;最后进入精馏塔,在该塔分离得到氯丙烯产品和低沸物。氯丙烯的生产工艺,通过调整各个工艺步骤的参数,使得氯丙烯收率可达到80.2%,制得的氯丙烯产品纯度可达到99.5%以上。

1. 一种氯丙烯生产工艺,其特征在于,包括如下步骤

(1) 液氯经氯气蒸发器在压力 0.4MPa 温度 80℃加热气化后进入氯化反应器,丙烯 360~400℃预热后进入氯化反应器与氯气反应,得到粗氯丙烯;

(2) 粗氯丙烯经过四道热交换器和氯化物冷却器后进入冷凝蒸出塔,从该塔中盐酸被分离出来,另外获得氯丙烯、丙烯、D-D 混剂及低沸混合物;

(3) 步骤(2)得到的氯丙烯、丙烯、D-D 混剂及低沸混合物进入脱丙烯塔,从该塔中丙烯被分离出来,得到氯丙烯、D-D 混剂及低沸混合物;

(4) 步骤(3)得到的氯丙烯、D-D 混剂及低沸混合物的进入脱重组份塔,从该塔中 D-D 混剂被分离出来,得到氯丙烯及低沸混合物,所述脱重组份塔塔顶包含冷凝器和全凝器冷凝,其中,冷凝器使用循环水冷凝,全凝器采用冷冻盐水冷凝;

(5) 步骤(4)得到氯丙烯及低沸混合物送到精馏塔,在该塔分离得到氯丙烯产品和低沸物;

所述步骤(1)中氯化反应器反应温度为 480~520℃,丙烯与氯气的分子数量比为 4~5:1;

所述步骤(2)中冷凝蒸出塔塔顶控制温度 -44℃,塔顶压力 ≤ 0.15Mpa,塔釜温度为 70℃,塔釜压力 ≤ 0.15Mpa;

所述步骤(3)中脱丙烯塔塔顶温度 50~55℃,塔釜温度 65~70℃,塔压 ≤ 0.2Mpa,馏出液中氯丙烯含量为 60~70%;

所述步骤(4)中脱重组份塔为常压塔,脱重组份塔顶冷凝器管程:压力:0.01MPa G,冷媒压力:0.32MPa G,冷媒入口温度:32℃,出口温度:37℃;

所述步骤(4)中脱重组份塔顶全凝器管程压力:0.01MPa G,温度:44℃,冷冻盐水压:0.32MPa G,冷冻盐水入口温度:10℃,出口温度:15℃;

所述步骤(5)中精馏塔为加压塔,塔顶采用循环水在加压状态下冷凝,冷凝效率不低于 99%;

所述步骤(5)中精馏塔塔顶温度 50℃,塔顶压力 0.05Mpa G,塔釜温度 70℃,塔釜压力 0.12MpaG;

所述步骤(5)中精馏塔塔顶冷凝器管程压力:0.09MPa G,温度:50℃;壳程压力:0.32MPa G,入口温度:32℃,出口温度:37℃。

一种氯丙烯生产工艺

技术领域

[0001] 本发明属于化工技术领域,具体涉及一种氯丙烯生产工艺。

背景技术

[0002] 丙烯是无色易燃液体,有腐蚀性和刺激性臭味。微溶于水,与乙醇、氯仿、乙醚和石油醚混溶。可作为生产环氧氯丙烷、丙烯醇、甘油等的中间体,用作特殊反应的溶剂,也是农药、医药、香料、涂料的原料。用于有机合成及制药工业,3-氯丙烯又名烯丙基氯,是一种有机合成原料,在农药上用于合成杀虫单、杀虫双及杀螟丹的中间体 N,N-二甲基丙烯胺和拟除虫菊酯中间体丙烯醇酮,此外也是医药、合成树脂、涂料、香料等的重要原料。兼有烯烃和卤代烃的反应性,是甘油、环氧氯丙烷、丙烯醇等的有机合成中间体。

[0003] 氯丙烯的生产方法有如下几种:

[0004] (1)高温氯化法,将干燥的丙烯经 350 ~ 400℃ 预热,液氯经加热气化,两种物料在高速喷射状态下混合并进行反应,丙烯与氯气的配比为 4 ~ 5 : 1 (摩尔比),反应器停留时间 1.5 ~ 2s,反应温度 470 ~ 500℃。反应产物急冷至 50 ~ 100℃ 以除去 HCl 和丙烯,再经分馏即得到产品。

[0005] (2)丙烯氧氯化法,按 2.5 ~ (1 : 1 : 1) ~ 0.2 (摩尔比) 比例混合的丙烯、氯化氢和氧气在流化床反应器中进行反应,选用催化剂为载于载体上的 Te、V₂O₅ 或 H₃PO₄,并添加含氮物作促进剂,于 240 ~ 260℃ 进行常压氧氯化反应,制得 3-氯丙烯。

[0006] (3)烯丙醇氯化法,此法适用于小批量生产。

[0007] 目前常用的为高温氯化法。氯化反应得到的氯丙烯收率 75%-80%,副反应多,反应生成物包括氯丙烯、1,2-二氯丙烷 + 1,3-二氯丙烯(简称 D-D 混剂)、过量的丙烯、氯化氢及其他有机氯化物(即氯丙烯低沸物,主要组成为原料丙烯中的杂质丙烷与氯反应生成的氯丙烷)。现有技术中,制得的氯丙烯产品纯度不高,仅有 98%。因此,寻找合适的大生产工艺条件,提高氯化反应的收率和得到的氯丙烯产品的纯度,仍然是亟待解决的问题。

发明内容

[0008] 为了解决上述的技术问题,本发明提供了一种氯丙烯的生产工艺。

[0009] 本发明是通过下述的技术方案来实现的:

[0010] 一种氯丙烯生产工艺,包括如下步骤

[0011] (1)液氯经氯气蒸发器在压力 0.4MPa 温度 80℃ 加热气化后进入氯化反应器,丙烯 360~400℃ 预热后进入氯化反应器与氯气反应,得到粗氯丙烯;

[0012] (2)粗氯丙烯经过四道热交换器和氯化物冷却器后进入冷凝蒸出塔,从该塔中盐酸被分离出来,另外获得氯丙烯、丙烯、D-D 混剂及低沸混合物;

[0013] (3)步骤(2)得到的氯丙烯、丙烯、D-D 混剂及低沸混合物进入脱丙烯塔,从该塔中丙烯被分离出来,得到氯丙烯、D-D 混剂及低沸混合物;

[0014] (4)步骤(3)得到的氯丙烯、D-D 混剂及低沸混合物的进入脱重组份塔,从该塔中

D-D 混剂被分离出来,得到氯丙烯及低沸混合物,所述脱重组份塔塔顶包含冷凝器和全凝器冷凝,其中,冷凝器使用循环水冷凝,全凝器采用冷冻盐水冷凝;

[0015] (5)步骤(4)得到氯丙烯及低沸混合物送到精馏塔,在该塔分离得到氯丙烯产品和低沸物。

[0016] 上述的氯丙烯生产工艺中,所述步骤(1)中氯化反应器反应温度为 480-520℃,丙烯与氯气的分子数量比为 4~5 :1。

[0017] 上述的氯丙烯生产工艺中,所述步骤(2)中冷凝蒸出塔塔顶控制温度 -44℃,塔顶压力 $\leq 0.15\text{Mpa}$,塔釜温度为 70℃,塔釜压力 $\leq 0.15\text{Mpa}$ 。

[0018] 上述的氯丙烯生产工艺中,所述步骤(3)中脱丙烯塔塔顶温度 50~55℃,塔釜温度 65~70℃,塔压 $\leq 0.2\text{Mpa}$,馏出液中氯丙烯含量为 60~70%。

[0019] 上述的氯丙烯生产工艺中,所述步骤(4)中脱重组份塔为常压塔,脱重组份塔顶冷凝器管程:压力:0.01MPa G,冷媒压力:0.32MPa G,冷媒入口温度:32℃,出口温度:37℃。

[0020] 上述的氯丙烯生产工艺中,所述步骤(4)中脱重组份塔顶全凝器管程压力:0.01MPa G,温度:44℃,冷冻盐水压力:0.32MPa G,冷冻盐水入口温度:10℃,出口温度:15℃。

[0021] 上述的氯丙烯生产工艺中,所述步骤(5)中精馏塔为加压塔,塔顶采用循环水在加压状态下冷凝,冷凝效率不低于 99%。

[0022] 上述的氯丙烯生产工艺中,所述步骤(5)中精馏塔塔顶温度 50℃,塔顶压力 0.05MPa G,塔釜温度 70℃,塔釜压力 0.12MPaG。

[0023] 上述的氯丙烯生产工艺中,所述步骤(5)中精馏塔塔顶冷凝器管程:压力:0.09MPa G,温度:50℃;壳程压力:0.32MPa G,入口温度:32℃,出口温度:37℃。

[0024] 本发明的有益效果为:本发明的一种氯丙烯的生产工艺,通过调整各个工艺步骤的参数,使得氯丙烯收率可达到 80.2%,制得的氯丙烯产品纯度可达到 99.5% 以上。

具体实施方式

[0025] 下面结合具体实施例对本发明作更进一步的说明,以便本领域的技术人员更了解本发明,但并不因此限制本发明。

[0026] 实施例 1

[0027] 本发明的一种氯丙烯生产工艺,包括如下步骤

[0028] (1)液氯经氯气蒸发器在压力 0.4MPa 温度 80℃加热气化后进入氯化反应器,丙烯 360~400℃预热后进入氯化反应器与氯气反应,得到粗氯丙烯;

[0029] (2)粗氯丙烯经过四道热交换器和氯化物冷却器后进入冷凝蒸出塔,从该塔中盐酸被分离出来,另外获得氯丙烯、丙烯、D-D 混剂及低沸混合物;

[0030] (3)步骤(2)得到的氯丙烯、丙烯、D-D 混剂及低沸混合物进入脱丙烯塔,从该塔中丙烯被分离出来,得到氯丙烯、D-D 混剂及低沸混合物;

[0031] (4)步骤(3)得到的氯丙烯、D-D 混剂及低沸混合物的进入脱重组份塔,从该塔中 D-D 混剂被分离出来,得到氯丙烯及低沸混合物,所述脱重组份塔塔顶包含冷凝器和全凝器冷凝,其中,冷凝器使用循环水冷凝,全凝器采用冷冻盐水冷凝;

[0032] (5)步骤(4)得到氯丙烯及低沸混合物送到精馏塔,在该塔分离得到氯丙烯产品和

低沸物。

[0033] 氯化反应器反应温度为 480-520℃, 丙烯与氯气的分子数量比为 4~5 :1。

[0034] 冷凝蒸出塔塔顶控制温度 -44℃, 塔顶压力 ≤ 0. 15Mpa, 塔釜温度为 70℃, 塔釜压力 ≤ 0. 15Mpa。

[0035] 脱丙烯塔塔顶温度 50~55℃, 塔釜温度 65~70℃, 塔压 ≤ 0. 2Mpa, 馏出液中氯丙烯含量为 60~70%。

[0036] 脱重组份塔为常压塔, 脱重组份塔顶冷凝器管程 : 压力 : 0. 01MPa G, 冷媒压力 : 0. 32MPa G , 冷媒入口温度 : 32℃, 出口温度 : 37℃。

[0037] 脱重组份塔顶全凝器管程压力 : 0. 01MPa G, 温度 : 44℃, 冷冻盐水压力 : 0. 32MPa G, 冷冻盐水入口温度 : 10℃, 出口温度 : 15℃。

[0038] 精馏塔为加压塔, 塔顶采用循环水在加压状态下冷凝, 冷凝效率不低于 99%。

[0039] 精馏塔塔顶温度 50℃, 塔顶压力 0. 05Mpa G, 塔釜温度 70℃, 塔釜压力 0. 12MpaG。

[0040] 精馏塔塔顶冷凝器管程 : 压力 : 0. 09MPa G, 温度 : 50℃; 壳程压力 : 0. 32MPa G, 入口温度 : 32℃, 出口温度 : 37℃。

[0041] 本实施例氯丙烯收率 80. 2%, 制得的氯丙烯产品纯度可达到 99. 5% 以上。