



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104418709 B

(45)授权公告日 2017.01.11

(21)申请号 201310393158.5

C07C 37/50(2006.01)

(22)申请日 2013.09.03

(56)对比文件

(65)同一申请的已公布的文献号

CN 101628854 A,2010.01.20,

申请公布号 CN 104418709 A

CN 101412663 A,2009.04.22,

(43)申请公布日 2015.03.18

WO 2010042268 A1,2010.04.15,

(73)专利权人 营口市风光化工有限公司

CN 102320930 A,2012.01.18,

地址 115005 辽宁省营口市老边区江家村
519号

杜非.制备对叔丁基苯酚新工艺.《辽宁化工》.1997,第26卷(第2期),第76-78页.

审查员 张亚红

(72)发明人 王磊

(74)专利代理机构 沈阳杰克知识产权代理有限公司
21207

代理人 杨乃力

(51)Int.Cl.

C07C 39/06(2006.01)

C07C 37/16(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种烷基酚精馏副产物的回收工艺

(57)摘要

本发明涉及一种烷基酚精馏副产物的回收工艺。采用的技术方案是：取烷基酚精馏提纯后的副产物，加入催化剂，于110-150℃下反应4-8小时，得粗产品，粗产品去除催化剂，得目标产物。本发明工艺简单，便于操作，降低了生产2,4-二叔丁基苯酚的反应原料苯酚和异丁烯的消耗，可将2,4-二叔丁基苯酚的收率提高到95%以上，不仅解决了环境污染的问题，而且节约了生产成本。

1. 一种烷基酚精馏副产物的回收工艺,其特征在於方法如下:取烷基酚精馏提纯后的副产物,加入催化剂,于110-150℃下反应4-8小时,得粗产品,粗产品去除催化剂,得目标产物;

所述的烷基酚精馏提纯后的副产物是:以苯酚和异丁烯为原料,在酸性催化作用下进行烷基化反应获得烷化液,烷化液经过精馏I塔和精馏II塔精制提纯;精馏I塔塔顶副产物含有对位叔丁基苯酚、邻位叔丁基苯酚和2,4-二叔丁基苯酚;精馏II塔塔釜副产物含有2,4,6-三叔丁基苯酚;取精馏I塔塔顶副产物和精馏II塔塔釜副产物,混合均匀,作为烷基酚精馏提纯后的副产物,所述的烷基酚精馏提纯后的副产物中,叔丁基与苯环的摩尔比为2.1-2.2:1;

所述的催化剂为酸性离子交换树脂或酸性白土中的一种或两种的混合物。

2. 如权利要求1所述的烷基酚精馏副产物的回收工艺,其特征在於:反应温度为135-140℃。

一种烷基酚精馏副产物的回收工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及烷基酚精馏副产物的回收工艺,具体地说涉及2,4-二叔丁基苯酚精馏提纯后,针对精馏塔I和精馏塔II中存留的副产物进行回收的工艺。

背景技术

[0002] 2,4-二叔丁基苯酚是一种用于橡胶、塑料、颜料油等的抗氧化剂的一个重要类型,具有极好的不变色性和无污染性,也是制备许多精细专有化学品的重要中间体,主要用于生产抗氧化剂,也用来生产阻聚剂、活化剂460、引发剂(TBCP)、光稳定剂、紫外线吸收剂(UV326、UV327、UV320)和农药乳化剂等。

[0003] 2,4-二叔丁基苯酚,目前的生产方法主要是以苯酚和异丁烯为原料,在酸性催化作用下经过烷基化反应获得,在得到的烷化液中,除目的产物2,4-二叔丁基苯酚外,还含有未反应的苯酚及副产物邻位叔丁基苯酚、对位叔丁基苯酚、2,4,6-三叔丁基苯酚等。为获得高纯度的产品,必须对烷化液进行精制,目前,工业上采用连续精馏方法对烷化液进行精制,烷化液的分离为多组分物系的分离,欲得到高纯度的2,4-二叔丁基苯酚产品,需要两个精馏塔,即精馏I塔和精馏II塔;在烷化液的精制过程中,将低沸物、苯酚、邻位叔丁基苯酚、对位叔丁基苯酚及2,4-二叔丁基苯酚作为前馏分,由精馏I塔的塔顶采出,该馏分返回到烷基化反应系统继续进行反应;将2,4-二叔丁基苯酚及2,4,6-三叔丁基苯酚由精馏I塔的塔釜采出,作为精馏II塔的原料。在精馏II塔中2,4-二叔丁基苯酚由塔顶采出,作为产品应用;2,4,6-三叔丁基苯酚等后馏分由精馏II塔塔釜采出,精制后的2,4酚含量可满足下一步使用要求,但精制后产生大量的固体副产物,即I塔顶和II塔釜里面含有邻位叔丁基苯酚、对位叔丁基苯酚、2,4,6-三叔丁基苯酚等成分,这些固体副产物不仅减低了主产品2,4-二叔丁基苯酚的收率,而且污染环境,后处理困难。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种工艺简单,操作方便的烷基酚精馏副产物的回收工艺,可将2,4-二叔丁基苯酚的收率提高到95%以上,从而节约了生产成本,减少固体废弃物的排放。

[0005] 为实现上述目的,本发明采用的技术方案如下:一种烷基酚精馏副产物的回收工艺,方法如下:取烷基酚精馏提纯后的副产物,加入催化剂,于110-150℃下反应4-8小时,得粗产品,粗产品去除催化剂,得目标产物。

[0006] 上述的烷基酚精馏副产物的回收工艺,烷基酚精馏提纯后的副产物中,叔丁基与苯环的摩尔比为2.1-2.2:1。

[0007] 上述的烷基酚精馏副产物的回收工艺,所述的烷基酚为2,4-二叔丁基苯酚。

[0008] 上述的烷基酚精馏副产物的回收工艺,所述的催化剂为酸性离子交换树脂或酸性白土中的一种或两种的混合物。

[0009] 上述的烷基酚精馏副产物的回收工艺,所述的催化剂的用量为,烷基酚精馏提纯

后的副产物总重量的1.0-5.0%。

[0010] 上述的烷基酚精馏副产物的回收工艺,反应温度为135-140℃。

[0011] 本发明具有如下优点:

[0012] 1.本发明工艺简单,便于操作;

[0013] 2.本发明降低了生产2,4-二叔丁基苯酚的反应原料苯酚和异丁烯的消耗,节能减排;

[0014] 3.本发明可将2,4-二叔丁基苯酚的收率达到95%以上;

[0015] 4.本发明不仅解决了环境污染的问题,而且节约了生产成本。

附图说明

[0016] 图1为实施例1中的气相色谱图。

[0017] 图2为实施例2中的气相色谱图。

具体实施方式

[0018] 烷基酚,即2,4-二叔丁基苯酚的生产工艺采用现有技术,即以苯酚和异丁烯为原料,在酸性催化作用下进行烷基化反应获得烷化液,烷化液经过精馏I塔和精馏II塔精制提纯。精馏I塔塔顶副产物含有对位叔丁基苯酚、邻位叔丁基苯酚和少量2,4-二叔丁基苯酚等,其中主要成份是对位叔丁基苯酚;精馏II塔塔釜副产物主要含有2,4,6-三叔丁基苯酚,这些是本领域的公知技术。

[0019] 下面的实例是对本发明的详述,而不是对本发明的限制。

[0020] 实施例1 烷基酚精馏副产物的回收工艺。

[0021] 方法如下:

[0022] 1)经检测,精馏I塔塔顶副产物含有54.42%对位叔丁基苯酚、16.71%邻位叔丁基苯酚和18.21%2,4-二叔丁基苯酚;精馏II塔塔釜副产物含有62%2,4,6-三叔丁基苯酚;

[0023] 2)按叔丁基与苯环的摩尔比为2.1-2.2:1,取精馏I塔塔顶副产物和精馏II塔塔釜副产物,混合均匀,作为总的烷基酚精馏提纯后的副产物,备用;

[0024] 3)向带有机机械搅拌、温度计插口、加料口、回流冷凝装置的1000ml四口烧瓶中,加入上步骤混合好的烷基酚精馏提纯后的副产物300g,再加入酸性白土6g,密封反应体系,用调温加热套给反应体系加热,待物料全部溶化后,开启搅拌系统,控制反应温度在135-140℃之间,保温反应6小时,热过滤,除去催化剂酸性白土,得到目标产物;

[0025] 4)检测,产物用GC检测,在相同检测条件下,取2,4-二叔丁基苯酚标准品检测,确定出峰时间位置,取上述目标产物进行检测,结果如附图1所示,4.128min为2,4-二叔丁基苯酚,含量为70.52%,1.78min为对位叔丁基苯酚,含量为4.2%,5.03min为2,5-二叔丁基苯酚,含量为5.03%,6.246min为2,4,6-三叔丁基苯酚,含量为14.88%,其它杂质含量为5.37%,产物按常规工艺送入精馏I塔和精馏II塔继续进行精馏操作,制备高纯度的2,4-二叔丁基苯酚。

[0026] 实施例2 烷基酚精馏副产物的回收工艺。

[0027] 方法如下:

[0028] 1)经检测,精馏I塔塔顶副产物含有48.32%对位叔丁基苯酚、19.11%邻位叔丁基苯

酚和13.25%2,4-二叔丁基苯酚;精馏Ⅱ塔塔釜副产物含有67.23%2,4,6-三叔丁基苯酚;

[0029] 2)按叔丁基与苯环的摩尔比为2.1-2.2:1,取精馏I塔塔顶副产物和精馏Ⅱ塔塔釜副产物,混合均匀,作为总的烷基酚精馏提纯后的副产物,备用;

[0030] 3)向密闭的带有机械搅拌、捕集器、加料口、回流冷凝装置的5L不锈钢反应釜中,加入上步骤混合好的烷基酚精馏提纯后的副产物2kg,再加入酸性离子交换树脂60g,密封反应釜,给反应釜加热,待温度升至60-70℃,待物料全部溶化后,开启搅拌系统,控制反应温度在135-140℃之间,保温反应6小时,热过滤,除去反应催化剂酸性离子交换树脂,得到目标产物;

[0031] 4)检测,产物用GC检测,结果如附图2所示,4.132min 2,4-二叔丁基苯酚的含量为66.01%,1.794min对位叔丁基苯酚的含量为11.09%,2,4,6-三叔丁基苯酚的含量为0.41%,5.08min2,5-二叔丁基苯酚的含量16.17%,其它杂质含量为6.32%,产物按常规工艺送入精馏I塔和精馏Ⅱ塔继续进行精馏操作,制备高纯度的2,4-二叔丁基苯酚。

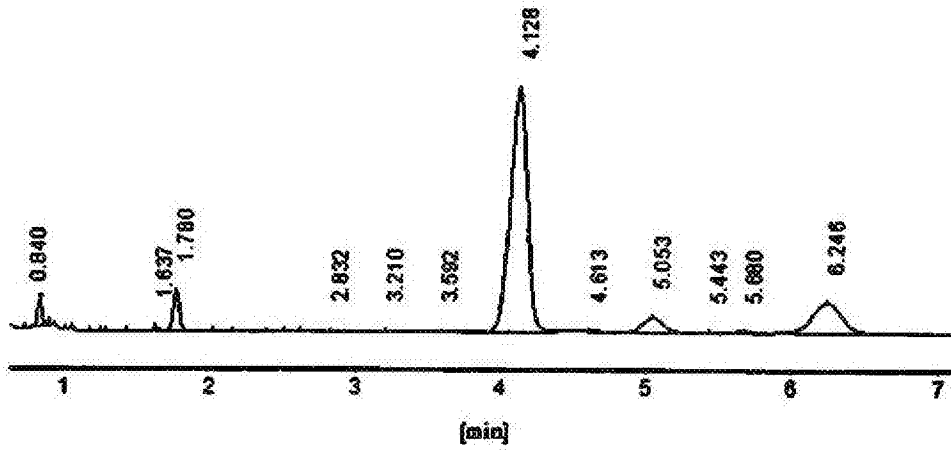


图1

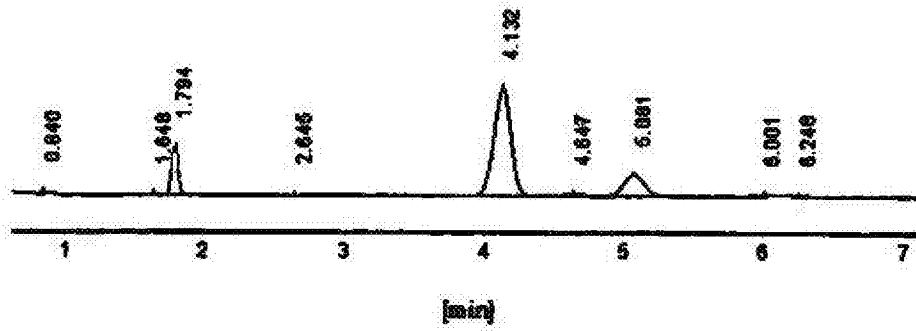


图2