



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 112546658 A

(43) 申请公布日 2021.03.26

(21) 申请号 202011272033.3

B01D 3/42 (2006.01)

(22) 申请日 2020.11.13

G07C 67/54 (2006.01)

G07C 67/52 (2006.01)

(71) 申请人 南通百川新材料有限公司

G07C 69/16 (2006.01)

地址 226200 江苏省南通市长江镇(如皋港区)香江路6号

申请人 江苏百川高科新材料股份有限公司

(72) 发明人 郑铁江 吴晓明 赵跃 冒佳伟

顾银军 夏海峰 万鹏 袁庆庆

黄小磊

(74) 专利代理机构 北京一格知识产权代理事务

所(普通合伙) 11316

代理人 高利利

(51) Int.Cl.

B01D 3/14 (2006.01)

B01D 3/00 (2006.01)

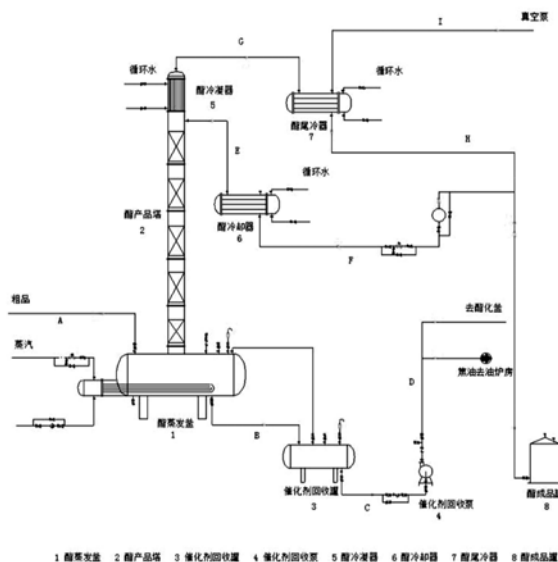
权利要求书2页 说明书4页 附图2页

(54) 发明名称

一种新型的2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯脱酯精馏提纯方法

(57) 摘要

本发明涉及一种新型的2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯脱酯精馏提纯装置,包括酯产品塔蒸发釜、酯产品塔、催化剂回收槽、催化剂回收泵、酯成品冷凝器、酯冷却器、酯塔尾冷器、酯成品罐、酯冷凝液中间槽、酯产品塔回流泵、酯成品冷凝器II,一种新型的2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯脱酯精馏提纯方法,包括以下步骤:送料、精馏、冷凝、取样检测、外部回流、催化提纯、成品收集,通过调整塔内物料体系中各组分含量,提高蒸发釜分离效果,提高了2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯的含量,提高产品纯度,从而降低了塔釜重组分中2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯的含量,提高了催化剂纯度,减少了更换频次,减少了损耗。



CN 112546658 A

1. 一种新型的2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯脱酯精馏提纯装置,其特征在于:包括进料泵、酯产品塔蒸发釜1、酯产品塔2、催化剂回收槽3、催化剂回收泵4、酯成品冷凝器5、酯冷却器6、酯塔尾冷器7、酯成品罐8、酯冷凝液中间槽9、酯产品塔回流泵10、酯成品冷凝器II 11、真空泵、粗品进塔流量计FT1、回流流量计FT2、成品采出流量计FT3;

进料泵出口与酯产品塔蒸发釜1进口通过管道A连接;

酯产品塔2塔底液相出口与催化剂回收槽3进口通过管道B连接,酯产品塔2塔顶气相口与酯塔冷凝器5通过管道N相连接;

催化剂回收槽3出料口与催化剂回收泵4进口通过管道C连接后,通过催化剂回收泵输出管道D进行处理;

酯塔冷凝器5气相口与酯塔尾冷器7通过管道G连接,酯塔尾冷器7与真空泵通过管道I连接;

酯成品冷凝器5冷凝液采出口与酯冷凝液中间槽9进料口通过管道J连接;

酯塔尾冷器7冷凝液出口与酯冷凝液中间槽9通过管道H连接,管道H与管道J相接;

酯冷凝液中间槽9出料口与酯产品塔回流泵10进口通过管道连接后,通过回流管道L与酯产品塔2回流口连接;

酯产品塔2塔顶第三点温度出料口与酯成品冷凝器II 11通过管道M连接;

酯成品冷凝器II 11与酯冷却器6通过管道E连接;酯冷却器6与酯成品罐8通过管道F连接,分支通过管道K连接至去反应液罐;

粗品进塔流量计FT1安装在管道A上,回流流量计FT2安装在管道E上,成品采出流量计FT3安装在回流管道L上,取样口X1安装在酯成品塔采出管道F上。

2. 一种新型的2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯脱酯精馏提纯方法,其特征在于:包括以下步骤:

1) 送料:将粗品经过酯产品塔蒸发釜1传送进酯产品塔2中;

2) 精馏:在酯产品塔2中进行精馏,得到2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯气相;

3) 冷凝:将2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯气相进行冷凝得到2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯液相;

4) 取样检测:将步骤3中的2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯液相从取样口X1处提取液相样本检测2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯含量、水含量以及酸度检测,检测结果不达标则进入步骤五,检测结果达标后进入步骤7;

5) 外部回流:将2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯液相经过冷却、收集后通过酯产品塔回流泵10回流至酯产品塔2中积聚到塔蒸发釜1釜底,其中酯产品塔蒸发釜1塔釜温度控制在105~120℃之间,酯产品塔蒸发釜1塔顶温度控制在70~80℃之间,回流流量剂FT3数据控制为8~9m³/h;

6) 催化提纯:当酯产品塔蒸发釜1釜底重组分积聚到规定液位后采入催化剂催化,并重复步骤2-步骤4至检测结果达标后进入步骤7;

7) 成品收集:重复步骤4到步骤6至步骤6中的液相样本检测达标后将步骤2中的2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯气相经过冷凝、冷却后传输至成品罐8中。

3. 根据权利要求2所述的一种新型的2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯脱酯精馏提纯方法,其特征在于:所述催化剂采用对甲苯磺酸。

4. 根据权利要求2所述的一种新型的2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯脱酯精馏提纯方法,其特

征在于:所述步骤6中未反应的催化剂通过催化剂回收泵4回收或者焚烧。

5.根据权利要求2所述的一种新型的2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯脱酯精馏提纯方法,其特征在于:所述检测标准:2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯含量为99.9-99.99%左右,水含量为0.001-0.01%左右,酸度小于0.01%。

一种新型的2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯脱酯精馏提纯方法

技术领域

[0001] 本发明涉及精细化学品生产领域,尤其涉及一种新型的2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯脱酯精馏提纯方法。

背景技术

[0002] 2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯是性能优良的低毒高级工业溶剂,对极性和非极性的物质均有很强的溶解能力,适用于高档涂料、油墨各种聚合物的溶剂,包括氨基甲酸酯、乙烯基、聚酯、纤维素醋酸酯、醇酸树脂、丙烯酸树脂、环氧树脂及硝化纤维素等。

[0003] 2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯作为优异的有机溶剂,其本身有较大的价值,所以生产工艺上更应该提高其收率,使产品收率尽量提高。

[0004] 已有的生产工艺详见工艺如附图1所示:

[0005] 主要生产工艺流程叙述:首先粗品自泵通过蒸发釜进口,打入产品塔内,通过精馏后,2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯气相从塔顶通过冷凝器5进行冷凝后,一部分精馏回流,一部分去成品罐8,蒸发釜底重组分积聚到规定液位后采入催化剂回收罐3,后直接经催化剂回收泵4进行回收催化剂或者焚烧。

[0006] 其中2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯精馏工序需要的设备有:酯产品塔蒸发釜1,酯产品塔2,催化剂回收槽3,催化剂回收泵4,产品塔冷凝器5,酯冷却器6,酯塔尾冷器7,酯成品罐8。

[0007] 酯成品塔精馏工序的主要设备连接方式:

[0008] 粗品进料泵出口与酯成品塔蒸发釜进口通过管道A连接;

[0009] 酯成品塔2塔底液相出口与催化剂回收槽3进口通过管道B连接;

[0010] 催化剂回收槽3出料口与催化剂回收泵进口通过管道C连接后,通过催化剂回收泵输出管道D进行处理;

[0011] 酯成品塔塔顶冷凝器5冷凝液采出口与酯冷却器6进料口通过管道E连接;酯冷却器6出口与成品罐8通过管道F连接;

[0012] 酯塔塔顶冷凝器5出口与酯塔尾冷器7通过管道G连接,酯塔尾冷器7冷却液出口与酯成品罐8通过管道H连接,管道H与管道F相连接,酯塔尾冷器与真空泵通过管道I连接。

[0013] 上述生产工艺中,因2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯沸点较高,酯产品塔采取了负压塔,而精馏装置为内回流,在精馏过程中杂质较难分离,精馏产生的重组分在后期回收催化剂使用,但重组分中2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯含量较高,催化剂纯度不高,影响反应转化率,从而更换催化剂频次较快;且成品含量也只有99.4%左右,水分达0.03%,造成较大损失,所以有必要选择一种精馏方式,既能在生产过程中将各组分尽量分离,又能减少物料的损耗,做到利益最大化。

发明内容

[0014] 本发明要解决的技术问题是提供一种新型的2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯脱酯精馏提

纯方法,解决催化剂的更换频繁、产品收率低、降耗高的问题。

[0015] 为解决上述技术问题,本发明的技术方案为:一种新型的2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯脱酯精馏提纯装置,其创新点在于:包括进料泵、酯产品塔蒸发釜1、酯产品塔2、催化剂回收槽3、催化剂回收泵4、酯成品冷凝器5、酯冷却器6、酯塔尾冷器7、酯成品罐8、酯冷凝液中间槽9、酯产品塔回流泵10、酯成品冷凝器II 11、真空泵、粗品进塔流量计FT1、回流流量计FT2、成品采出流量计FT3;

[0016] 进料泵出口与酯产品塔蒸发釜1进口通过管道A连接;

[0017] 酯产品塔2塔底液相出口与催化剂回收槽3进口通过管道B连接,酯产品塔2塔顶气相口与酯塔冷凝器5通过管道N相连接;

[0018] 催化剂回收槽3出料口与催化剂回收泵4进口通过管道C连接后,通过催化剂回收泵输出管道D进行处理;

[0019] 酯塔冷凝器5气相口与酯塔尾冷器7通过管道G连接,酯塔尾冷器7与真空泵通过管道I连接;

[0020] 酯成品冷凝器5冷凝液采出口与酯冷凝液中间槽9进料口通过管道J连接;

[0021] 酯塔尾冷器7冷凝液出口与酯冷凝液中间槽9通过管道H连接,管道H与管道J相接;

[0022] 酯冷凝液中间槽9出料口与酯产品塔回流泵10进口通过管道连接后,通过回流管道L与酯产品塔2回流口连接;

[0023] 酯产品塔2塔顶第三点温度出料口与酯成品冷凝器II 11通过管道M连接;

[0024] 酯成品冷凝器II 11与酯冷却器6通过管道E连接;酯冷却器6与酯成品罐8通过管道F连接,分支通过管道K连接至去反应液罐;

[0025] 粗品进塔流量计FT1安装在管道A上,通过管道A上调节阀控制粗品的进料量,确保塔温及酯产品蒸发釜液位,通过回流泵变频控制回流量,确保冷凝液中间槽液位平衡;

[0026] 回流流量计FT2安装在管道E上,控制回流流量,提高催化反应完全度;

[0027] 成品采出流量计FT3安装在回流管道L上,及时关注塔温及液位的变化;

[0028] 取样口X1安装在酯成品塔采出管道F上。

[0029] 一种新型的2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯脱酯精馏提纯方法,其特征在于,包括以下步骤:

[0030] 1) 送料:将粗品经过酯产品塔蒸发釜1传送进酯产品塔2中。

[0031] 2) 精馏:在酯产品塔2中进行精馏,得到2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯气相。

[0032] 3) 冷凝:将2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯气相进行冷凝得到2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯液相。

[0033] 4) 取样检测:将步骤3中的2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯液相从取样口X1处提取液相样本检测2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯含量、水含量以及酸度检测,检测结果不达标则进入步骤五,检测结果达标后进入步骤7。

[0034] 5) 外部回流:将2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯液相经过冷却、收集后通过酯产品塔回流泵10回流至酯产品塔2中积聚到塔蒸发釜1釜底,其中酯产品塔蒸发釜1塔釜温度控制在105~120℃之间,酯产品塔蒸发釜1塔顶温度控制在70~80℃之间,回流流量剂FT3数据控制为8~9m³/h,有利于酯产品塔蒸发釜1釜体温度的控制。

[0035] 6) 催化提纯:当酯产品塔蒸发釜1釜底重组分积聚到规定液位后采入催化剂催化,

并重复步骤2-步骤4至检测结果达标后进入步骤7,冷凝后回流再次进塔参与精馏,这样保证了生产过程中2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯的充分提纯,而塔上端侧线采出,减少了物料中轻组分如水和杂质的携带,提高了成品的含量。

[0036] 1) 成品收集:重复步骤4到步骤6至步骤6中的液相样本检测达标后将步骤2中的2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯气相经过冷凝、冷却后传输至成品罐8中。

[0037] 进一步的,所述催化剂采用对甲苯磺酸。

[0038] 进一步的,所述步骤6中未反应的催化剂通过催化剂回收泵4回收,延长催化剂使用寿命,或者焚烧。

[0039] 样本检测结果:2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯含量为99.94%,水含量为0.01%,酸度小于0.01%。

[0040] 本发明的优点在于:

[0041] 本发明通过调整塔内物料体系中各组分含量,提高蒸发釜分离效果,较原精馏过程中产生的2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯中水分和酸度含量有所下降,从而明显提高了2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯的含量,提高产品纯度,从而降低了塔釜重组分中2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯的含量,提高了催化剂纯度,减少了更换频次,减少了损耗。

附图说明

[0042] 下面结合附图和具体实施方式对本发明作进一步详细的说明。

[0043] 图1为已有2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯生产工艺流程图。

[0044] 图2为本发明的一种新型的2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯脱酯精馏提纯流程图。

具体实施方式

[0045] 如图2所示的一种新型的2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯脱酯精馏提纯方法,包括进料泵、酯产品塔蒸发釜1、酯产品塔2、催化剂回收槽3、催化剂回收泵4、酯成品冷凝器5、酯冷却器6、酯塔尾冷器7、酯成品罐8、酯冷凝液中间槽9、酯产品塔回流泵10、酯成品冷凝器II 11、真空泵、粗品进塔流量计FT1、回流流量计FT2、成品采出流量计FT3。

[0046] 进料泵出口与酯产品塔蒸发釜1进口通过管道A连接。

[0047] 酯产品塔2塔底液相出口与催化剂回收槽3进口通过管道B连接,酯产品塔2塔顶气相口与酯塔冷凝器5通过管道N相连接。

[0048] 催化剂回收槽3出料口与催化剂回收泵4进口通过管道C连接后,通过催化剂回收泵输出管道D进行处理。

[0049] 酯塔冷凝器5气相口与酯塔尾冷器7通过管道G连接,酯塔尾冷器7与真空泵通过管道I连接。

[0050] 酯成品冷凝器5冷凝液采出口与酯冷凝液中间槽9进料口通过管道J连接。

[0051] 酯塔尾冷器7冷凝液出口与酯冷凝液中间槽9通过管道H连接,管道H与管道J相接。

[0052] 酯冷凝液中间槽9出料口与酯产品塔回流泵10进口通过管道连接后,通过回流管道L与酯产品塔2回流口连接。

[0053] 酯产品塔2塔顶第三点温度出料口与酯成品冷凝器II 11通过管道M连接。

[0054] 酯成品冷凝器II 11与酯冷却器6通过管道E连接。酯冷却器6与酯成品罐8通过管道

F连接,分支通过管道K连接至去反应液罐。

[0055] 粗品进塔流量计FT1安装在管道A上,通过管道A上调节阀控制粗品的进料量,确保塔温及酯产品蒸发釜液位,通过回流泵变频控制回流量,确保冷凝液中间槽液位平衡。

[0056] 回流流量计FT2安装在管道E上,控制回流流量,提高催化反应完全度。

[0057] 成品采出流量计FT3安装在回流管道L上,及时关注塔温及液位的变化。

[0058] 取样口X1安装在酯成品塔采出管道F上。

[0059] 一种新型的2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯脱酯精馏提纯方法,包括以下步骤:

[0060] 1) 送料:将粗品经过酯产品塔蒸发釜1传送进酯产品塔2中;

[0061] 2) 精馏:在酯产品塔2中进行精馏,得到2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯气相;

[0062] 3) 冷凝:将2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯气相进行冷凝得到2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯液相;

[0063] 4) 取样检测:将步骤3中的2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯液相从取样口X1处提取液相样本检测2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯含量、水含量以及酸度检测,检测结果不达标则进入步骤五,检测结果达标后进入步骤7;

[0064] 5) 外部回流:将2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯液相经过冷却、收集后通过酯产品塔回流泵10回流至酯产品塔2中积聚到塔蒸发釜1釜底,其中酯产品塔蒸发釜1塔釜温度控制在105~120℃之间,酯产品塔蒸发釜1塔顶温度控制在70~80℃之间,回流流量剂FT3数据控制为8~9m³/h,有利于酯产品塔蒸发釜1釜体温度的控制;

[0065] 6) 催化提纯:当酯产品塔蒸发釜1釜底重组分积聚到规定液位后采入催化剂对甲苯磺酸进行催化,并重复步骤2-步骤4至检测结果达标后进入步骤7;

[0066] 冷凝后回流再次进塔参与精馏,这样保证了生产过程中2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯的充分提纯,而塔上端侧线采出,减少了物料中轻组分如水和杂质的携带,提高了成品的含量,未反应的催化剂通过催化剂回收泵4回收,延长催化剂使用寿命,或者焚烧。

[0067] 7) 成品收集:重复步骤4到步骤6至步骤6中的液相样本检测达标后将步骤2中的2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯气相经过冷凝、冷却后传输至成品罐8中。

[0068] 样本检测结果:2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯含量为99.94%,水含量为0.01%,酸度小于0.01%。

[0069] 本专利与已有技术相比,本专利生产的成品中2-甲氧基-1-丙醇乙酸酯含量更高、水含量更少、酸度更小,效益更高。

[0070] 本行业的技术人员应该了解,本发明不受上述实施例的限制,上述实施例和说明书中描述的只是说明本发明的原理,在不脱离本发明精神和范围的前提下,本发明还会有各种变化和改进,这些变化和改进都落入要求保护的本发明范围内。本发明要求保护范围由所附的权利要求书及其等效物界定。

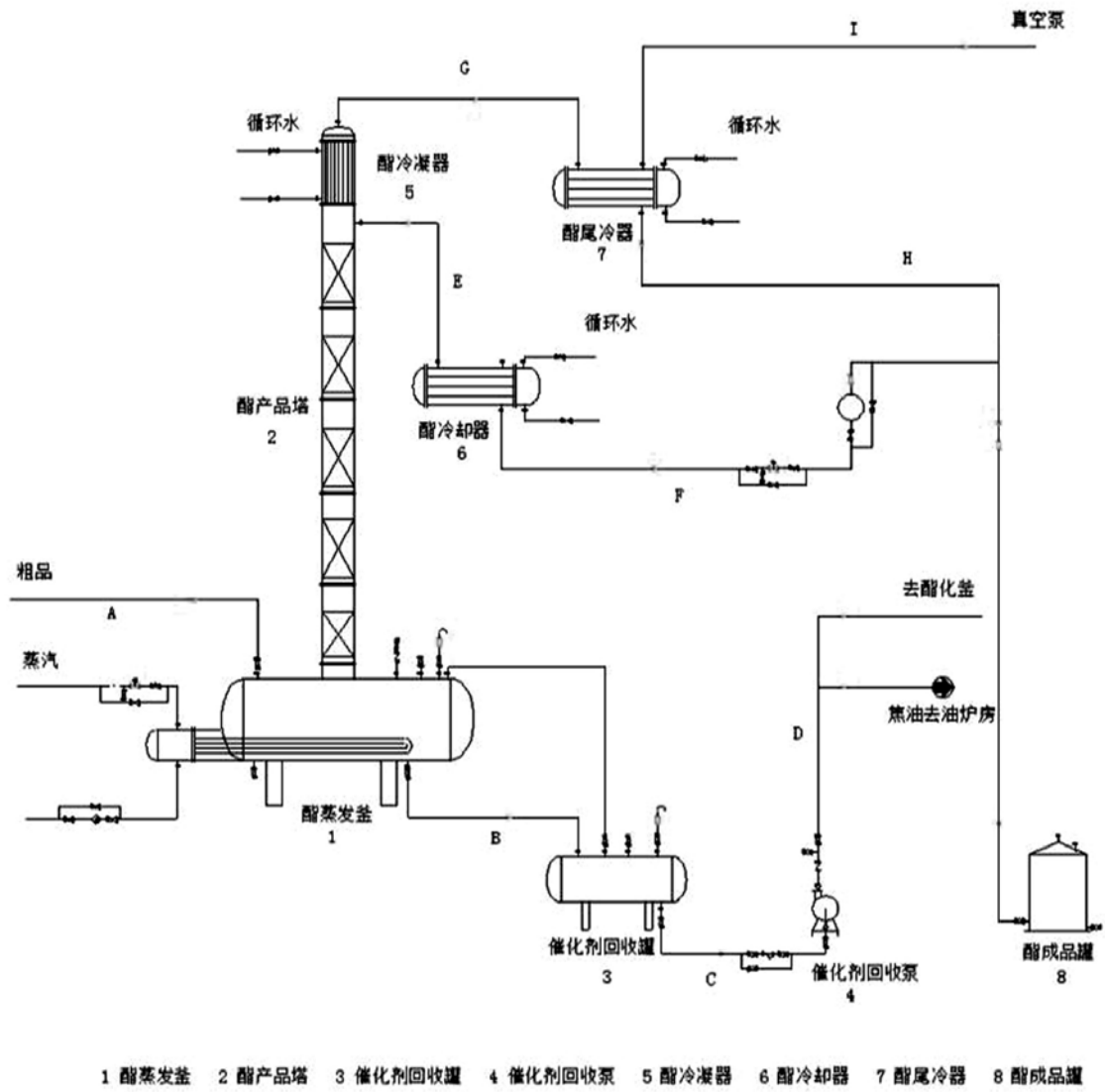


图1

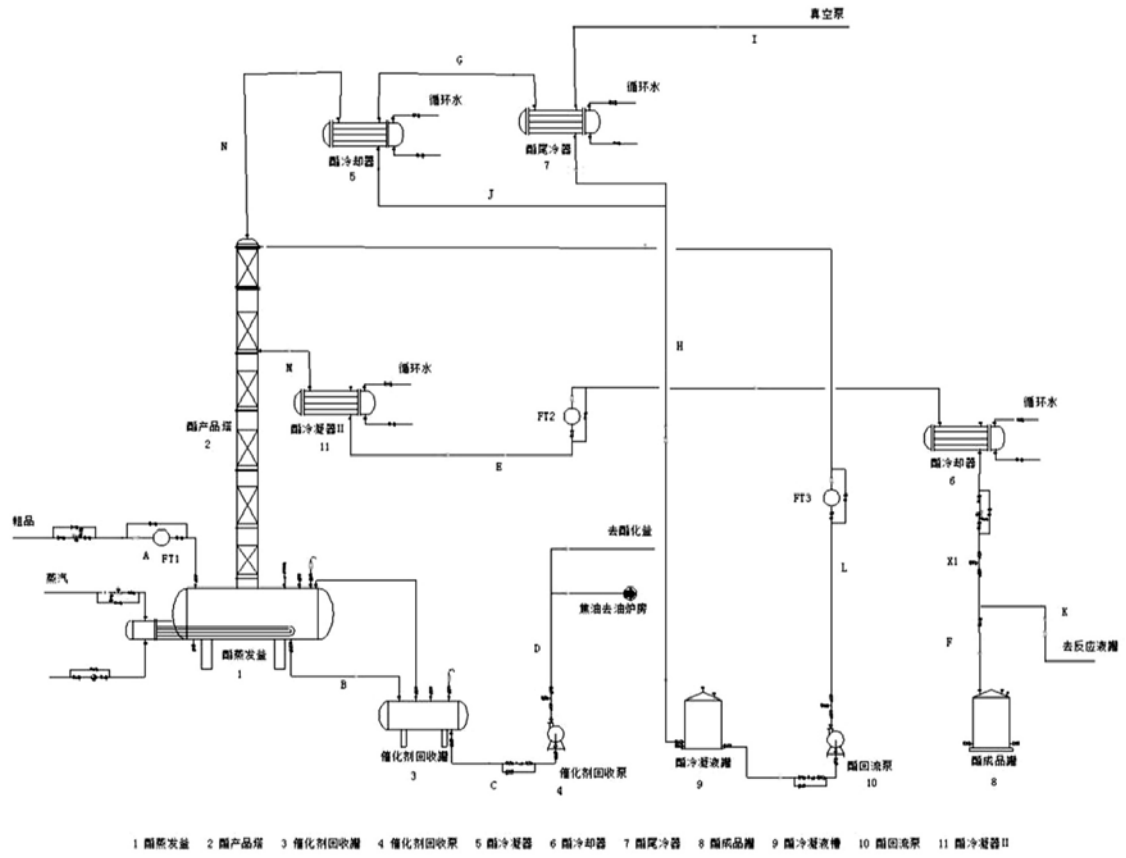


图2