



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 115028523 A

(43) 申请公布日 2022.09.09

(21) 申请号 202210672825.2

(22) 申请日 2022.06.15

(71) 申请人 山东科技大学

地址 266590 山东省青岛市黄岛区前湾港
路579号

(72) 发明人 李敏 张治山 马艺心 张明慧
王云 彭佳瑞

(51) Int. Cl.

C07C 45/84 (2006.01)

C07C 49/10 (2006.01)

权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

一种用于丁酮脱水的变压-非均相共沸精馏
分离方法

(57) 摘要

本发明公开了一种用于丁酮脱水的变压-非均相共沸精馏分离方法,具体步骤为:原料与层析器有机相的混合液经泵加压进入加压精馏塔的塔顶,塔底采出高纯度的丁酮,层析器水相进入常压精馏塔的塔顶,塔底采出高纯度的水,两塔的塔顶蒸汽接近操作压力下的共沸物组成;加压精馏塔的塔顶蒸汽经过常压精馏塔再沸器换热降温后,再与常压精馏塔的塔顶蒸汽混合进入冷凝器,得到的饱和液体进入层析器并分为有机相和水相。本发明提出的变压-非均相共沸精馏分离方法解决了丁酮脱水的技术难题,具有工艺简单、节能经济、产品纯度和回收率高的特点。

1. 一种用于丁酮脱水的变压-非均相共沸精馏分离方法,其特征在于,该方法包括以下步骤:

(1) 原料经泵4加压后,自塔顶进入操作压力为3~7atm的加压精馏塔1,塔顶采出的蒸汽为常压精馏塔2的再沸器7提供热量后进入冷凝器3,冷凝液体进入层析器5,再沸器7的热源为温度为140~160℃的低压蒸汽;

(2) 经层析器5分离后的非均相混合物中的有机相混合液与原料混合后经泵4加压后进入加压精馏塔1,水相自塔顶进入常压精馏塔2,塔顶蒸汽进入冷凝器冷凝后进入层析器5;

(3) 加压精馏塔1塔底设有再沸器6,加压精馏塔塔底采出丁酮;常压精馏塔2塔底采出水;

实现该方法的装置连接方式为:加压精馏塔1和常压精馏塔2分别进行丁酮、水的分离纯化操作,塔顶设有进料口,塔底设有出料管;加压精馏塔1塔顶与再沸器7之间、再沸器7与冷凝器3之间、常压精馏塔2塔顶与冷凝器3之间分别设有蒸汽管;冷凝器3与层析器5之间、层析器5与常压精馏塔2进料口之间均有管路连接;层析器5与加压精馏塔1进料口之间有管路连接,并在管路上设有进料泵4。

2. 根据权利要求1所述的一种用于丁酮脱水的变压-非均相共沸精馏分离方法,其特征在于:加压精馏塔塔板数为10~30,塔顶温度为108~139℃;常压精馏塔塔板数为4~10,塔顶温度为72~75℃,操作压力为1atm;层析器温度为30~55℃。

3. 根据权利要求1所述的一种用于丁酮脱水的变压-非均相共沸精馏分离方法,其特征在于:原料组成为丁酮68~90mol%、水10~32mol%。

4. 根据权利要求1所述的一种用于丁酮脱水的变压-非均相共沸精馏分离方法,其特征在于:加压精馏塔塔底回收的丁酮纯度高于99.99mol%,常压精馏塔塔底回收的水的纯度高于99.99mol%。

一种用于丁酮脱水的变压-非均相共沸精馏分离方法

技术领域

[0001] 本发明属于化工行业的精馏分离领域,具体涉及一种用于丁酮脱水的变压-非均相共沸精馏分离方法,并且在分离工艺中采用热集成最大限度减小能耗。

背景技术

[0002] 丁酮是一种重要的有机溶剂,具有溶解性强、挥发度低的特点,也是制备医药、染料、洗涤剂、香料、抗氧化剂以及某些催化剂的中间体。另外,生物基丁酮还可用作汽油代替燃料。在丁酮的工业生产和使用过程中会产生大量丁酮和水混合物,有效分离回收这些混合物中的丁酮,不仅可以获得很大的经济效益,而且避免了资源浪费和环境污染。然而,丁酮与水能形成非均相最小共沸物,在常压下共沸组成为65mol%丁酮和35mol%水,分层后有机相组成为67.97mol%丁酮和32.03mol%水、水相组成为96.36mol%水和3.64mol%丁酮,普通精馏难以分离。

[0003] 目前,关于丁酮脱水的技术已有部分报道。专利CN101830788A公布了一种变压精馏分离丁酮和水的方法,基于丁酮-水共沸物的压力敏感性,采用两个不同操作压力的精馏塔提纯丁酮;专利CN206473847U公布了一种差压精馏装置以及精馏系统,装置包括三个精馏塔,分别为第一常压精馏塔、加压精馏塔以及第二常压精馏塔,通过差压设置实现甲醇-丁酮-水体系的分离。专利CN102992985A公布了一种三塔变压精馏热集成分离回收丁酮的方法,涉及从甲醇-乙醇-丁酮-苯-水体系中利用共沸组成的压敏性分离回收丁酮。专利CN101328112A公布了一种错流液液萃取分离丁酮和水的方法,以多元醇为萃取剂,加入一定比例的原料与萃取剂,对丁酮和水的混合物进行两级错流液液萃取,萃余液为99.5%以上的丁酮,萃取相为萃取剂和水,萃取相经过减压塔脱水处理后,萃取剂可循环使用。专利CN101284770B公布了一种溶碱复合萃取精馏分离丁酮和水的方法,以氢氧化钾溶入乙二醇为溶碱复合萃取溶剂,将其与丁酮和水原料液以一定比例加入萃取精馏塔,进行萃取精馏操作。专利CN103641700A公布了一种萃取精馏分离丁酮和水的方法,在常压下,以含离子液体氯化1-乙基-3-甲基咪唑的乙二醇溶液为萃取剂,采用间歇萃取精馏装置对丁酮和水进行分离;加入萃取剂后,首先进行全回流操作,然后在不同的回流比和温度下,依次由精馏塔顶采出丁酮、丁酮-水过渡段馏分、水和乙二醇-水过渡段馏分,最后循环利用萃取剂。

[0004] 对于现有的丁酮脱水技术,变压精馏工艺的能耗仍然较高,经济性有待提高,而萃取精馏需要引入第三组分,不仅增加了精馏设备成本和能耗,还会影响产品质量。本发明利用变压-非均相共沸精馏技术实现丁酮-水混合物的分离,可以获得高纯度丁酮产品,无需任何夹带剂,同时具有回收率高、能耗低、工艺简单的特点。

发明内容

[0005] 本发明利用丁酮-水非均相共沸物的压力敏感性,即当压力升高时,共沸物中丁酮含量减小,有机相的组分相对挥发度增大,提出了一种用于丁酮脱水的变压-非均相共沸精馏分离方法。该方法采用层析器分离非均相共沸物、加压塔分离有机相和常压塔分离水相,

结合了热集成技术,能够大大降低设备成本和能耗,可以克服现有技术的不足与局限性。

[0006] 本发明的具体技术方案如下:

(1) 原料经泵4加压后,自塔顶进入操作压力为3~7atm的加压精馏塔1,塔顶采出的蒸汽为常压精馏塔2的再沸器7提供热量后进入冷凝器3,冷凝液体进入层析器5,再沸器7的热源为温度为140~160℃的低压蒸汽;

(2) 经层析器5分离后的非均相混合物中的有机相混合液与原料混合后经泵4加压后进入加压精馏塔1,水相自塔顶进入常压精馏塔2,塔顶蒸汽进入冷凝器3冷凝后进入层析器5;

(3) 加压精馏塔1塔底设有再沸器6,加压精馏塔塔底采出丁酮;常压精馏塔2塔底采出水;

实现该方法的装置连接方式为:加压精馏塔1和常压精馏塔2分别进行丁酮、水的分离纯化操作,塔顶设有进料口,塔底设有出料管;加压精馏塔1塔顶与再沸器7之间、再沸器7与冷凝器3之间、常压精馏塔2塔顶与冷凝器3之间分别设有蒸汽管;冷凝器3与层析器5之间、层析器5与常压精馏塔2进料口之间均有管路连接;层析器5与加压精馏塔1进料口之间有管路连接,并在管路上设有进料泵4。

[0007] 具体包括如下条件:

(1) 加压精馏塔塔板数优选为10~30;

(2) 常压精馏塔塔板板数优选为4~10;

(3) 加压精馏塔塔顶温度为108~139℃,塔釜温度为85~160℃;常压精馏塔塔顶温度为72~75℃,塔釜温度为95~105℃;

(4) 原料组成为丁酮68~90mol%、水10~32mol%;

(5) 加压精馏塔塔顶压力为3~7atm,常压精馏塔为1atm;

(6) 再沸器热源为低压蒸汽,温度优选为140~160℃;

(7) 层析器温度为30~55℃。

[0008] 与现有技术相比,本发明具有以下有益效果:

(1) 操作工艺简单,整个流程只有两个塔器,两塔之间设有层析器,丁酮-水的混合物经层析器分离为有机相和水相,有机相进入加压精馏塔后得到纯度99.99 mol%的丁酮,水相进入常压精馏塔后得到纯度99.99 mol%的水,整个过程不需要添加额外的夹带剂即可获得高纯度的产品。

(2) 加压精馏塔采用的3~7atm低压蒸汽和两塔之间的层析器,都可有效降低加压精馏塔的塔径和理论板数,使设备成本降低;同时,从加压精馏塔1塔顶采出的蒸汽为常压精馏塔2的再沸器7提供热量后进入冷凝器3,冷凝液体再进入层析器5,这样的工艺设计正是结合了热集成技术,可大大降低能耗,降低操作成本。

附图说明

[0010] 图1是变压-非均相共沸精馏分离装置示意图

其中:1-加压精馏塔;2-常压精馏塔;3-冷凝器;4-泵;5-层析器;6, 7-再沸器;8-原料;9,10,15-蒸汽;11-冷凝液;12-有机相;13-水相;14-回流液;16-丁酮;17-水。

具体实施方式

[0011] 为便于理解本发明的技术方案,结合附图1对本发明作进一步说明。实施例1~实施例5中,原料处理量为500 kmol/h,组成为69.5 mol%丁酮和30.5 mol%水,丁酮脱水后纯度为99.99 mol%,回收率为99.99mol%。操作结果证实:(1)加压精馏塔操作压力的提高,大大降低了塔径和能耗。但是,压力最高不能超过7 atm,因为压力再高的话,再沸器的蒸汽类型就要改为高压蒸汽,高压蒸汽相比于低压蒸汽、中压蒸汽的价格更高,不经济。(2)非均相共沸精馏(即加压精馏塔与常压精馏塔之间设置层析器)比变压精馏能耗低。

[0012] 实施例1:

表1 变压-非均相共沸精馏分离装置工艺参数(加压塔操作压力P=1atm)

	加压精馏塔 1	常压精馏塔 2
压力/atm	1	1
理论板数	30	5
塔径/m	4.5	0.28
塔顶温度/℃	73.7	72.6
塔釜温度/℃	85.1	100.6
总再沸器热负荷/kW	24821.83	
总冷凝器热负荷/kW	-24094.0	
采用热集成技术		
总再沸器热负荷/kW	24597.0	
总冷凝器热负荷/kW	-23869.17	

实施例2:

表2 变压-非均相共沸精馏分离装置工艺参数(加压塔操作压力P=3atm)

	加压精馏塔 1	常压精馏塔 2
压力/atm	3	1
理论板数	30	5
塔径/m	2.76	0.28
塔顶温度/℃	107.8	72.6
塔釜温度/℃	120.6	100.6
总再沸器热负荷/kW	12840.18	
总冷凝器热负荷/kW	-11483.70	
采用热集成技术		
总再沸器热负荷/kW	12615.30	
总冷凝器热负荷/kW	-11258.82	

对比实施例1和实施例2可发现,精馏塔1加压状态下的塔径以及整个工艺的热负荷比常压状态的要小,即加压可有效降低精馏塔的塔径以及整个工艺的热负荷。

[0013] 实施例3:

表3 变压-非均相共沸精馏分离装置工艺参数(加压塔操作压力P=5atm)

	加压精馏塔 1	常压精馏塔 2
压力/atm	5	1
理论板数	30	5
塔径/m	2.42	0.28
塔顶温度/℃	126.4	72.6
塔釜温度/℃	141.4	100.6
总再沸器热负荷/kW	11103.95	
总冷凝器热负荷/kW	-9344.48	
采用热集成技术		
总再沸器热负荷/kW	10879.10	
总冷凝器热负荷/kW	-9119.63	

实施例4

表4 变压-非均相共沸精馏分离装置工艺参数(加压塔操作压力P=7atm)

	加压精馏塔 1	常压精馏塔 2
压力/atm	7	1
理论板数	25	5
塔径/m	2.30	0.28
塔顶温度/℃	139.4	72.6
塔釜温度/℃	156.4	100.6
总再沸器热负荷/kW	10442.66	
总冷凝器热负荷/kW	-8373.27	
采用热集成技术		
总再沸器热负荷/kW	10217.80	
总冷凝器热负荷/kW	-8148.41	

通过实施例2、实施例3及实施例4的对比发现,加压精馏塔操作压力的提高,大大降低了塔径和能耗。但是,压力最高不能超过7 atm,因为压力再高的话,再沸器的蒸汽类型就要改为高压蒸汽,高压蒸汽相比于低压蒸汽、中压蒸汽的价格更高,不经济。

[0014] 实施例5

表5 变压非均相共沸精馏与变压精馏分离装置工艺参数对比(加压塔操作压力P=3atm)

	变压-非均相共沸精馏 (有层析器)		变压精馏 (无层析器)	
	加压塔 1	常压塔 2	加压塔 1	常压塔 2
压力/atm	3	1	3	1
理论板数	30	5	20	6
塔径/m	2.76	0.28	5.76	6.62
回流比	---	---	1.13	2.27
塔顶温度/℃	107.8	72.6	107.5	73.6
塔釜温度/℃	120.6	100.6	119.7	100.7
冷凝器热负荷/kW	---	---	-42843.2	-63995.7
换热器热负荷	-11483.7		---	
再沸器热负荷/kW	12615.3	224.879	49131.1	61127.6
年度总成本/\$/y	3.870		32.045	

由实施例5发现,采用了热集成技术的非均相共沸精馏(即加压精馏塔与常压精馏塔之间设置层析器)相比常规变压精馏,精馏塔的塔径和精馏塔的热负荷都有显著的降低,年度总成本也较低。

[0015] 实施例6:

该实施例处理量为500 kmol/h,组成为90.0 mol%丁酮和10.0 mol%水,丁酮脱水后纯度为99.99 mol%,回收率为99.99 mol%,加压精馏塔操作压力为3atm,常压精馏塔操作压力 1atm时变压-非均相共沸精馏分离装置工艺参数状况。

[0016] 表6 变压-非均相共沸精馏分离装置工艺参数(加压塔操作压力P=3atm)

	加压精馏塔 1	常压精馏塔 2
压力/atm	3	1
理论板数	25	5
塔径/m	2.17	0.28
塔顶温度/℃	108.5	72.6
塔釜温度/℃	120.2	100.6
总再沸器热负荷/kW	7956.75	
总冷凝器热负荷/kW	-6357.86	
采用热集成技术		
总再沸器热负荷/kW	7883.07	
总冷凝器热负荷/kW	-6284.18	

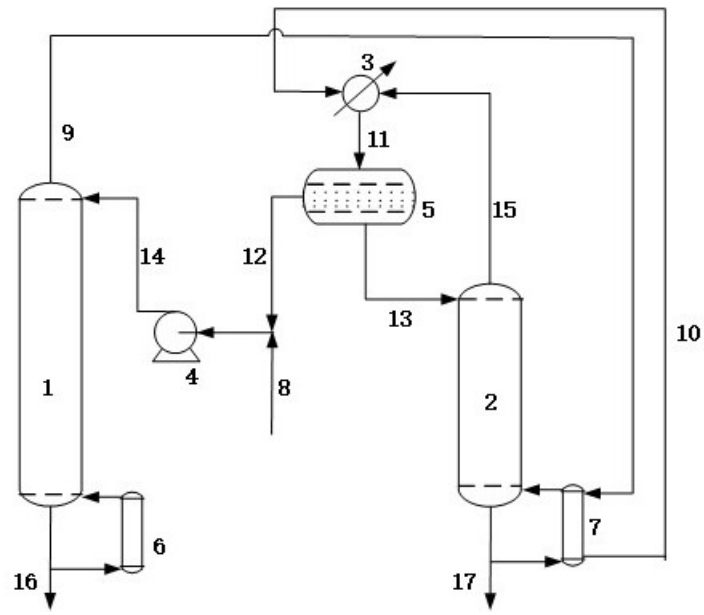


图1