



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106966875 B

(45)授权公告日 2020.09.08

(21)申请号 201710208158.1

(22)申请日 2017.03.31

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 106966875 A

(43)申请公布日 2017.07.21

(73)专利权人 四川达兴能源股份有限公司
地址 635066 四川省达州市通川区西河路
25号

专利权人 中央军委后勤保障部油料研究所

(72)发明人 王国祥 安高军 张光辉 吴映忠
李正清 熊春华 苏召飞 鲁长波
龙素安 蒋淑敏 王旭东

(74)专利代理机构 成都正华专利代理事务所
(普通合伙) 51229

代理人 李林合

(51)Int.Cl.

C07C 41/58(2006.01)

C07C 43/30(2006.01)

(56)对比文件

CN 101091836 A,2007.12.26,

CN 206051889 U,2017.03.29,

审查员 臧丽红

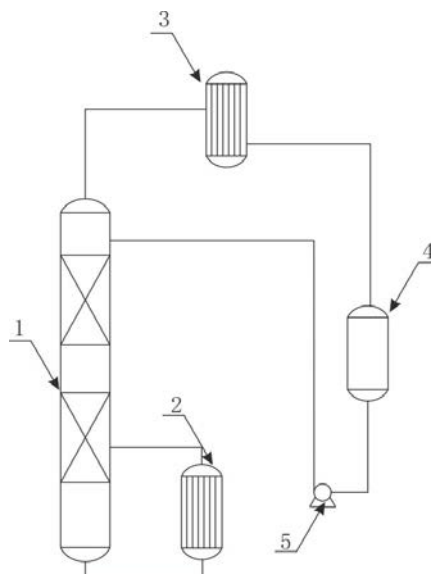
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

聚甲氧基二丁基醚精馏系统防堵装置及精制方法

(57)摘要

本发明公开了一种聚甲氧基二丁基醚精馏系统防堵装置及精制方法。该系统包括依次连通的精馏塔、再沸器、冷凝冷却器、回流罐和回流泵；回流泵与精馏塔连通；其精制方法为：(1)将待分离混合物由精馏塔中部输送至精馏塔内，并于-0.01~1.0MPa、塔顶90~160℃、塔底120~180℃的条件下进行分离，从塔底采出聚甲氧基二丁基醚溶液；从塔顶采出混合物蒸汽；(2)混合物蒸汽由物料汽进口进入冷凝冷却器，在80~120℃下冷却为冷凝液后，由物料液出口进入回流罐中，部分冷凝液回流至精馏塔内继续精馏，未回流部分采出系统。本发明有效解决了设备易堵塞的问题，提升了聚甲氧基二丁基醚的分离纯度。



1. 一种聚甲氧基二丁基醚精馏系统防堵装置,其特征在于,包括依次连通的再沸器(2)、精馏塔(1)、冷凝冷却器(3)、回流罐(4)和回流泵(5);所述回流泵(5)与精馏塔(1)连通;

所述冷凝冷却器(3)为立管式冷凝冷却设备,其上部设置有水蒸汽进口(33)和冷凝水出口(34);所述冷凝冷却器(3)中部设置有循环水进口(35)、循环水出口(36)、循环蒸汽出口(37)和脱盐水补充口(38);所述冷凝冷却器(3)下部设置有物料汽进口(31)和物料液出口(32);所述精馏塔(1)与物料汽进口(31)连通;所述冷凝水出口(34)与循环水进口(35)连通;所述循环蒸汽出口(37)与水蒸汽进口(33)连通;所述物料液出口(32)与回流罐(4)连通。

2. 采用权利要求1所述的聚甲氧基二丁基醚精馏系统防堵装置精制聚甲氧基二丁基醚的方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 将待分离混合物由精馏塔中部输送至精馏塔内,并于 $-0.01\sim 1.0\text{MPa}$ 、塔顶温度为 $90\sim 160^\circ\text{C}$ 、塔底温度为 $120\sim 180^\circ\text{C}$ 的条件下分离,从塔底采出聚甲氧基二丁基醚溶液;从塔顶采出聚甲氧基二丁基醚、甲醛、正丁醇和水的混合物蒸汽;

(2) 混合物蒸汽由物料汽进口进入冷凝冷却器,在 $80\sim 120^\circ\text{C}$ 下冷却为冷凝液后,由物料液出口进入回流罐中,经回流泵加压后,部分冷凝液回流至精馏塔内继续精馏,未回流部分采出系统。

3. 根据权利要求2所述的采用聚甲氧基二丁基醚精馏系统防堵装置精制聚甲氧基二丁基醚的方法,其特征在于,步骤(2)中所述回流比 $R=0.5\sim 2$ 。

4. 根据权利要求2所述的采用聚甲氧基二丁基醚精馏系统防堵装置精制聚甲氧基二丁基醚的方法,其特征在于,所述冷凝冷却器上部采用脱盐水冷却,下部采用循环水冷却。

聚甲氧基二丁基醚精馏系统防堵装置及精制方法

技术领域

[0001] 本发明属于化工分离技术领域,具体涉及一种聚甲氧基二丁基醚精馏系统防堵装置及精制方法。

背景技术

[0002] 我国2001年底加入WTO,自2002年以来柴油消费呈现快速增长的势头。柴油消费以年均8.3%的速度增加,2012年柴油消费总量达到约1.7亿吨,是2001年的2.3倍。据有关专家预测,2015年我国柴油消费总量预计为2.04亿吨,2020年达到2.21亿吨,2030年柴油消费量将达到2.8亿吨。如此大的柴油需求量,致使柴油供应不足,进口量逐年增加。同时,随着原油储量的相对不足,加工劣质重油行业不断扩大,致使柴油质量下降,即十六烷值下降,导致柴油的燃烧性能下降,加深了柴油机尾气排放对环境的污染程度。为满足节能与环保要求,迫切需要一类既能提高柴油燃烧性能,又能减少尾气排放污染物的物质来对柴油进行掺烧。

[0003] 经研究表明,聚甲氧基烷基醚具有高含氧量,高十六烷值,且能与柴油完全互溶,是一类非常优良的柴油品质改进剂,也是近年来清洁新能源领域研究的热点。

[0004] 聚甲氧基二丁基醚作为聚甲氧基烷基醚系列产品之一,是一种高沸点黄色液体,平均十六烷值(CN)高(70以上),含氧量高(>20%),不含芳烃、几乎不含硫。其物性与柴油相近,作为柴油品质改进剂,使用时不需要对在用车辆的发动机进行任何改动。还可提高柴油十六烷值,提升油品含氧量,大幅度减少尾气中CO污染物、THC、烟度、颗粒物(PM2.5、PM5、PM10)排放,可以较大程度对柴油车尾气的环保净化减排起到积极作用,从而改善环境质量,是目前世界公认的环保型柴油品质改进剂。

[0005] 目前,聚甲氧基烷基醚系列产品中,关于甲基封端的聚甲氧基甲级醚(DMMn, $\text{CH}_3(\text{OCH}_2)_n\text{OCH}_3$)的合成技术研究最多,现有的聚甲氧基二丁基醚生产技术,在精馏过程中因精馏体系中甲醛的存在,甲醛气体遇冷会直接冷凝成甲醛固体,附着在管道或者设备的壁上,从而造成设备或管道堵塞。现有专利主要集中在精馏工序前把合成产物中的甲醛进行脱除,主要有两种方法:萃取和加氢,但无论是采取萃取,还是加氢的方法,均存在较大的工艺缺陷。萃取方法要在原来的物料体系中引入萃取剂,不仅会造成产品中的杂质含量增加,还会使产品分离的能耗大大增加,使得产品的物能耗较高;加氢的方法,不但会使未反应的甲醛转变为甲醇,造成原料消耗增加,而且对非甲基封端的其它烷基醚来说,合成物料体系中增加甲醇,可能与其它组分形成复杂的共沸体系,增加产品的分离难度;同时,含有甲醇的轻组分无法返回至原料系统,需要将甲醇完全分离才能返回至原料系统,进一步增加了产品的能耗。

发明内容

[0006] 针对现有技术中的上述不足,本发明提供一种聚甲氧基二丁基醚精馏系统防堵装置及精制方法,可有效解决设备管道易堵塞、分离效率低的问题。

[0007] 一种聚甲氧基二丁基醚精馏系统防堵装置,包括依次连通的再沸器、精馏塔、冷凝冷却器、回流罐和回流泵;回流泵还与精馏塔连通。

[0008] 进一步地,冷凝冷却器为立管式冷凝冷却设备,其上部设置有水蒸汽进口和冷凝水出口;冷凝冷却器中部设置有循环水进口、循环水出口、循环蒸汽出口和脱盐水补充口;冷凝冷却器下部设置有物料汽进口和物料液出口;精馏塔与物料汽进口连通;冷凝水出口与循环水进口连通;循环蒸汽出口与水蒸汽进口连通;物料液出口与回流罐连通。

[0009] 采用聚甲氧基二丁基醚精馏系统防堵装置精制聚甲氧基二丁基醚的方法,包括以下步骤:

[0010] (1)将待分离混合物由精馏塔中部输送至精馏塔内,并于 $-0.01\sim 1.0\text{MPa}$ 、塔顶温度为 $90\sim 160^\circ\text{C}$ 、塔底温度为 $120\sim 180^\circ\text{C}$ 的条件下分离,从塔底采出聚甲氧基二丁基醚溶液;从塔顶采出聚甲氧基二丁基醚、甲醛、正丁醇和水的混合物蒸汽;

[0011] (2)混合物蒸汽由物料汽进口进入冷凝冷却器,在 $80\sim 120^\circ\text{C}$ 下冷却为冷凝液后,由物料液出口进入回流罐中,经回流泵加压后,部分冷凝液回流至精馏塔内继续精馏,未回流部分采出系统。

[0012] 进一步地,步骤(2)中回流比 $R=0.5\sim 2$ 。

[0013] 进一步地,冷凝冷却器上部采用脱盐水冷却,下部采用循环水冷却。

[0014] 本发明的有益效果为:

[0015] 本发明不需要对合成产物中的甲醛进行预处理,合成产物可以直接进入精馏塔进行精馏,通过在精馏塔顶设计一种特殊的冷凝冷却器,通过控制冷却温度,可以保证甲醛蒸汽不会冷凝成固体,从而达到一步分离高纯度聚甲氧基二丁基醚的方法。

[0016] 精馏塔塔顶来的蒸汽进入冷凝冷却器的下段进行冷却,控制冷却温度在 $80\sim 120^\circ\text{C}$ 之间,在该温度下,甲醛气体冷凝成液体,与正丁醇、水、聚甲氧基二丁基醚组成的混合液体从冷却器的底部排出,从而有效解决了甲醛蒸汽遇冷冷凝成固体,造成设备堵塞的问题。

[0017] 冷凝冷却器下部的水经与精馏塔顶气相产物换热后产生的水蒸气由外部导管进入到冷却器的上段,经冷却水冷却至 $80\sim 120^\circ\text{C}$ 后,由外部导管进入到冷却器的下段循环使用,降低了能耗。

附图说明

[0018] 图1为精馏系统的结构示意图;

[0019] 图2为冷凝冷却器的结构示意图。

[0020] 其中,1、精馏塔;2、再沸器;3、冷凝冷却器;31、物料汽进口;32、物料液出口;33、水蒸气进口;34、冷凝水出口;35、循环水进口;36、循环水出口;37、循环蒸汽出口;38、脱盐水补充口;4、回流罐;5、回流泵。

具体实施方式

[0021] 下面对本发明的具体实施方式进行描述,以便于本技术领域的技术人员理解本发明,但应该清楚,本发明不限于具体实施方式的范围,对本技术领域的普通技术人员来讲,只要各种变化在所附的权利要求限定和确定的本发明的精神和范围内,这些变化是显而易见的,一切利用本发明构思的发明创造均在保护之列。

[0022] 如图1所示,该聚甲氧基二丁基醚精馏系统防堵装置,包括依次连通的再沸器2、精馏塔1、冷凝冷却器3、回流罐4和回流泵5,同时,回流泵5还与精馏塔1连通。

[0023] 如图2所示,冷凝冷却器3为立管式冷凝冷却设备,其上部设置有水蒸汽进口33和冷凝水出口34;冷凝冷却器3中部设置有循环水进口35、循环水出口36、循环蒸汽出口37和脱盐水补充口38。

[0024] 如图2所示,冷凝冷却器3下部设置有物料汽进口31和物料液出口32;冷凝水出口34与循环水进口35连通;循环蒸汽出口37与水蒸汽进口33连通;物料液出口32与回流罐4连通;其中,精馏塔1与物料汽进口31连通;精馏塔1内的气相混合物由物料汽进口31进入冷凝冷却器3下部,经由循环水和脱盐水冷却后,冷凝液由物料液出口32流入回流罐4内;脱盐水为去离子水。

[0025] 冷凝冷却器3下部的水经与精馏塔1塔顶气相产物换热后产生的水蒸气由外部导管进入到冷凝冷却器3的上部,上部的蒸气经冷却水冷却后,由外部导管进入到冷凝冷却器3的下部循环使用,且,上部的蒸气经冷却水冷却后的温度为80~120℃之间。

[0026] 采用上述聚甲氧基二丁基醚精馏系统防堵装置精制聚甲氧基二丁基醚的方法,包括以下步骤:

[0027] (1)将含有聚甲氧基二丁基醚的混合物加入精馏塔中部,该精馏塔为板式塔,精馏塔中操作压力为0.7MPa,塔顶温度为150℃,进料位置在塔中上部,回流比 $R=1$,在此条件下对混合物进行分离,从塔底采出聚甲氧基二丁基醚溶液;从塔顶采出包括聚甲氧基二丁基醚、甲醛、正丁醇和水的混合物蒸汽;

[0028] (2)混合物蒸汽由物料汽进口进入冷凝冷却器中,在120℃的条件下,甲醛蒸汽冷凝为液体,与正丁醇、水、聚甲氧基二丁基醚组成的物料液从冷凝冷却器的底部进入回流罐中,经由回流泵加压后,一部分物料液从精馏塔塔顶回流至精馏塔内,继续分离,未回流部分采出精馏系统外;其中,回流比 $R=1$,回流罐中的出液温度范围120℃。

[0029] 分别对含有聚甲氧基二丁基醚的混合物、精馏塔塔底采出的聚甲氧基二丁基醚溶液以及塔顶采出的混合物蒸汽进行检测,其结果为:

[0030] 含聚甲氧基二丁基醚的混合物为10000kg/h,包括水0kg/h,正丁醇732kg/h,甲醛477kg/h,甲氧基二丁基醚3287kg/h,二甲氧基二丁基醚2417kg/h,三甲氧基二丁基醚1312kg/h,四甲氧基二丁基醚808kg/h,五甲氧基二丁基醚495kg/h,六甲氧基二丁基醚293kg/h,七甲氧基二丁基醚179kg/h。

[0031] 精馏塔塔底采出的聚甲氧基二丁基醚溶液,包括:甲氧基二丁基醚17kg/h,二甲氧基二丁基醚2417kg/h,三甲氧基二丁基醚1312kg/h,四甲氧基二丁基醚808kg/h,五甲氧基二丁基醚495kg/h,六甲氧基二丁基醚293kg/h,七甲氧基二丁基醚179kg/h,合计5520kg/h。

[0032] 塔顶采出的混合物蒸汽,包括水0kg/h,正丁醇732kg/h,甲醛477kg/h,甲氧基二丁基醚3270kg/h,合计4479kg/h。

[0033] 由以上检测结果可知,聚甲氧基二丁基醚的混合物中的甲醛全部进入精馏塔顶采出的混合物蒸汽中,塔底采出的聚甲氧基二丁基醚溶液中不含甲醛,同时,精馏塔顶采出料经净化后可循环回合成系统反应,有效提升了塔底采出的聚甲氧基二丁基醚的纯度,降低了分离成本,提升了分离效率。

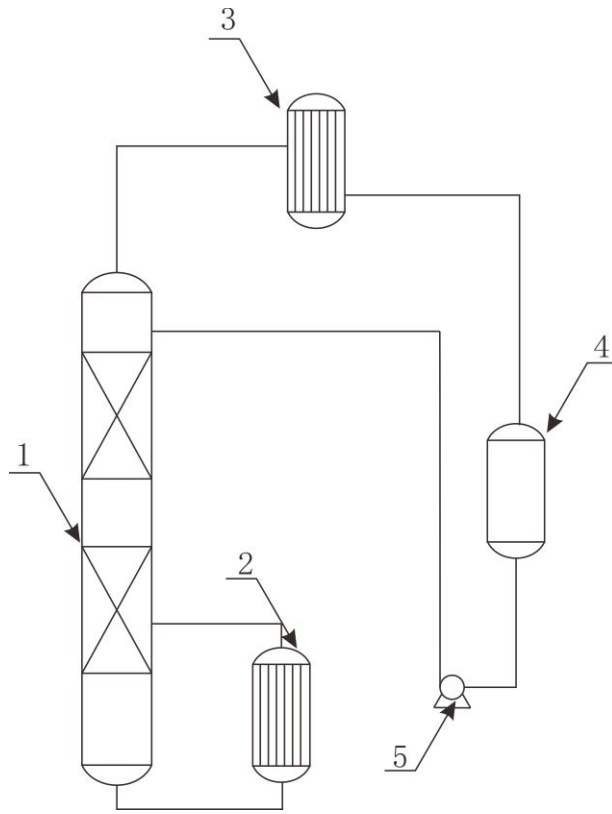


图1

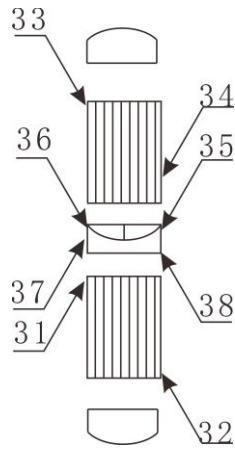


图2