



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 105968007 A

(43)申请公布日 2016.09.28

(21)申请号 201610526969.1

(22)申请日 2016.07.06

(71)申请人 湖北三里枫香科技有限公司

地址 430070 湖北省武汉市东湖新技术开发区珞瑜路沿街商铺490-518号光谷世界城B地块1栋2单元8层20室

(72)发明人 许引 朱怀工 秦如浩

(74)专利代理机构 南京苏创专利代理事务所(普通合伙) 32273

代理人 王华

(51)Int.Cl.

C07C 69/14(2006.01)

C07C 67/08(2006.01)

C07C 67/48(2006.01)

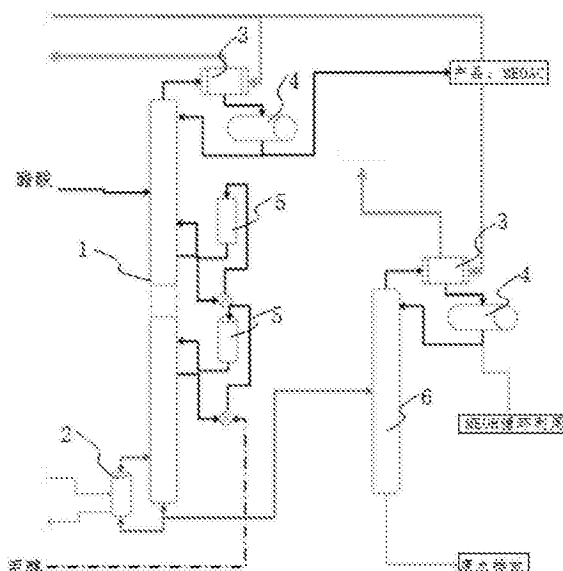
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种高纯度醋酸甲酯的生产工艺装置和方法

(57)摘要

本发明公开了一种高纯度醋酸甲酯的生产工艺装置和方法,该装置包括反应精馏塔和多个外挂式反应器,所述反应精馏塔从下至上分为甲醇分离段、多层反应段、萃取段和精馏段,所述多层反应段为多层塔板结构,每层塔板的反应段通过管道与对应的外挂式反应器循环连接;所述萃取段与多层反应段连通,并设有醋酸入口;所述精馏段的顶部还连接有冷凝器和回流罐;所述分离段设有甲醇入口,且分离段的底部循环连接有再沸器。本发明将反应和分离有机地结合起来,从而提高了反应速率,又抑制了逆反应的发生,有效地提高了转化率,从而实现了醋酸甲酯产品质量浓度的提升,可用于生产高纯度(97%以上)醋酸甲酯产品,具有简单、高效、经济效益显著等特点。



1. 一种高纯度醋酸甲酯的生产工艺装置,其特征在于:包括反应精馏塔和多个外挂式反应器,所述反应精馏塔从下至上分为甲醇分离段、多层反应段、萃取段和精馏段,所述多层反应段为多层塔板结构,每层塔板之间通过上升管联通,每层塔板的反应段通过管道与对应的外挂式反应器循环连接;所述萃取段与多层反应段连通,并设有醋酸入口;所述精馏段的顶部还连接有冷凝器和回流罐;所述分离段设有甲醇入口,且分离段的底部循环连接有再沸器。

2. 根据权利要求1所述高纯度醋酸甲酯的生产工艺装置,其特征在于:所述反应精馏塔的底部还连接有甲醇回收塔。

3. 根据权利要求2所述高纯度醋酸甲酯的生产工艺装置,其特征在于:所述甲醇入口与最底层的反应段入口连接。

4. 一种基于权利要求1~3任一所述装置的高纯度醋酸甲酯的生产工艺方法,其特征在于包括以下步骤:

(1) 甲醇送入最下层的外挂式反应器,在催化剂的作用下与从萃取段进入的醋酸反应生成醋酸甲酯,生成的醋酸甲酯和水的共沸物在塔板液相反应体系中在 $56 \pm 2^\circ\text{C}$ 温度下气化分离并从上升管进入上层塔板反应段,直到进入反应精馏塔的萃取段;

(2) 与此同时,通过再沸器循环加热甲醇分离段的物料,使甲醇气化上升进入反应段各层的反应塔板;

(3) 进入萃取段的醋酸甲酯和水的共沸物在萃取段与醋酸发生萃取反应,然后经过精馏段精馏得到醋酸甲酯产品。

5. 根据权利要求4所述高纯度醋酸甲酯的生产工艺方法,其特征在于:甲醇的进入温度为 $40 \pm 2^\circ\text{C}$,精馏段的出口温度为 $56 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

6. 根据权利要求4所述高纯度醋酸甲酯的生产工艺方法,其特征在于:从所述反应精馏塔塔底的出料还经过甲醇回收塔回收甲醇循环使用。

7. 根据权利要求4所述高纯度醋酸甲酯的生产工艺方法,其特征在于:所述原料醋酸的进料浓度为95%以上,原料甲醇的进料浓度为99%以上,且甲醇与醋酸的进料比为1.2~1.6:1。

一种高纯度醋酸甲酯的生产工艺装置和方法

技术领域

[0001] 本发明属于能源化工技术领域,尤其涉及醋酸甲酯的生产装置和工艺方法。

背景技术

[0002] 醋酸甲酯是一种重要的溶剂和有机化工原料,用于代替丙酮、丁酮、醋酸乙酯、环戊烷等,主要用途是作为硝基纤维素和醋酸纤维素的快干性溶剂,作为油漆涂料、人造革和香料制造的原料以及用作油脂萃取剂等;同时,高纯度醋酸甲酯可用于合成醋酸、醋酐、丙烯酸甲酯、醋酸乙烯和乙酰胺等。随着C1化工的发展,醋酸甲酯作为工业原料应用的需求量进一步增加。市场销售的醋酸甲酯浓度大多为90%~95%(质量分数,下同),高纯度醋酸甲酯(97%以上)的市场价格比较昂贵,具有很大的经济价值。甲醇和醋酸在酸性催化剂作用下即可生成醋酸甲酯,反应的条件比较温和,但由于醋酸甲酯、甲醇、水间会形成二元或三元恒沸物,所以通过常规方法很难制得高纯度的醋酸甲酯。工业上常规生产高纯度醋酸甲酯需要用到1个反应器和9个精馏塔。常规工艺的主要缺点是:

(1)醋酸甲酯的合成是可逆反应,受化学平衡限制,反应转化率低。

[0003] (2)醋酸甲酯与水,醋酸甲酯与甲醇,醋酸甲酯、甲醇、水三者分别形成与醋酸甲酯沸点接近的共沸物,难于分离,产品精制系统十分复杂。

[0004] (3)系统中有大量未反应的甲醇与醋酸需循环,分离流程复杂,设备投资大,能耗高。

[0005] 为解决上述存在的问题,研究采用反应精馏技术合成醋酸甲酯的工艺代替传统的工艺将有重大的意义。

发明内容

[0006] 发明目的:针对上述现有存在的问题和不足,本发明的目的是提供一种高纯度醋酸甲酯的生产工艺装置和方法,能得到97%以上浓度的醋酸甲酯产品,具有转化率高,分离效率高,生产设备投资小,生产成本低等特点。

[0007] 技术方案:为了解决上述技术问题,本发明采用以下技术方案:一种高纯度醋酸甲酯的生产工艺装置,包括反应精馏塔和多个外挂式反应器,所述反应精馏塔从下至上分为甲醇分离段、多层反应段、萃取段和精馏段,所述多层反应段为多层塔板结构,每层塔板之间通过上升管联通,每层塔板的反应段通过管道与对应的外挂式反应器循环连接;所述萃取段与多层反应段连通,并设有醋酸入口;所述精馏段的顶部还连接有冷凝器和回流罐;所述分离段设有甲醇入口,且分离段的底部循环连接有再沸器。

[0008] 作为优选,所述反应精馏塔的底部还连接有甲醇回收塔。

[0009] 作为优选,所述甲醇入口与最底层的反应段入口连接。

[0010] 本发明还提供了一种基于上述装置的高纯度醋酸甲酯的生产工艺方法,包括以下步骤:

(1)甲醇送入最下层的外挂式反应器,在催化剂的作用下与从萃取段进入的醋酸反应

生成醋酸甲酯,生成的醋酸甲酯和水的共沸物在塔板液相反应体系中在 $56\pm 2^{\circ}\text{C}$ 温度下气化分离并从上升管进入上层塔板反应段,直到进入反应精馏塔的萃取段;

(2)与此同时,通过再沸器循环加热甲醇分离段的物料,使甲醇气化上升进入反应段各层的反应塔板;

(3)进入萃取段的醋酸甲酯和水的共沸物在萃取段与醋酸发生萃取反应,然后经过精馏段精馏得到醋酸甲酯产品。反应精馏塔底部才储物经气提分离后,水从塔底排出,甲醇向上进入反应段,继续参与酯化反应,从而有效提高原料甲醇的转化率。

[0011] 作为优选,甲醇的进入温度为 $40\pm 2^{\circ}\text{C}$,精馏段的出口温度为 $56\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

[0012] 作为优选,从所述反应精馏塔塔底的出料还经过甲醇回收塔回收甲醇循环使用。

[0013] 作为优选,所述原料醋酸的进料浓度为95%以上,原料甲醇的进料浓度为99%以上,且甲醇与醋酸的进料比为1.2~1.6:1。

[0014] 有益效果:与现有技术相比,本发明主要采用反应精馏将反应过程和分离过程有机地结合起来,反应物在反应的同时与产物分离。通过提高反应物在反应器中的浓度,从而提高了反应速率,又使产物及时离开反应器而抑制了逆反应的发生,有效地提高醋酸甲酯合成反应的转化率,从而实现了醋酸甲酯产品质量浓度的提升。本发明可用于生产高纯度(97%以上)醋酸甲酯产品,该方法具有简单、高效、经济效益显著等特点。

附图说明

[0015] 图1为本发明所述醋酸甲酯的生产工艺装置结构示意图。

[0016] 其中,反应精馏塔1、再沸器2、冷凝器3、回流罐4、外挂式反应器5、甲醇回收塔6。

具体实施方式

[0017] 下面结合附图和具体实施例,进一步阐明本发明,应理解这些实施例仅用于说明本发明而不用于限制本发明的范围,在阅读了本发明之后,本领域技术人员对本发明的各种等价形式的修改均落于本申请所附权利要求所限定的范围。

[0018] 图1所示,本发明的高纯度醋酸甲酯的生产工艺方法,将反应过程和分离过程有机地结合起来,反应物在反应的同时与产物分离。这既提高了反应物在反应器中的浓度,从而提高了反应速率,又使产物及时离开反应器而抑制了逆反应的发生,有效地提醋酸甲酯合成反应的转化率,从而实现了醋酸甲酯产品质量浓度的提升。具体工艺过程如下

(1)反应原料醋酸自反应精馏塔中上部进入,甲醇自中下部进入,进料温度为 40°C 左右。采用强酸型阳离子交换树脂为催化剂。

[0019] (2)反应精馏塔的中上部为萃取段,从反应段顶部来的醋酸甲酯及其共沸物进入萃取段,醋酸在萃取段既是反应物也是萃取剂,作为反应物醋酸与甲醇反应,生成醋酸甲酯。

[0020] (3)反应精馏塔的中部甲醇与来自萃取段的醋酸主要经行酯化反应。由于酯化反应是在液相中进行。因此设计了外挂式反应器来得到高的持液量。在催化剂的作用下,在反应塔外挂反应器中经行酯化反应,生成水和醋酸甲酯。

[0021] (4)反应精馏塔的下部主要分离反应生成的水和未反应原料甲醇和混合物,经气提分离后,水从塔底排出,甲醇向上进入反应段,继续参与酯化反应,从而有效提高原料甲

醇的转化率。

[0022] 反应精馏塔下部主要进行甲醇与反应生成水的分离,通过再沸器甲醇蒸汽不断上升参与酯化反应;而塔釜出料温度为100℃左右,进入甲醇回收塔,甲醇循环使用,废水排出。

[0023] 在精馏段,主要是分离醋酸甲酯和原料醋酸,得到纯度的醋酸价值,出料温度为56℃左右。本发明的一个创新点在于:反应精馏段的中部为多层反应段,每层塔板均为反应层,并通过管道与对应的外挂反应器循环连接,通过将反应层的反应液相送入外挂反应器中进行反应,保持了酯化反应的液相持液量,酯化反应后的液相回到反应塔板时一边反应一边控制反应层的温度使产物醋酸甲酯率先从液相反应体系中分离出来气化进入上层塔板,这样液相中醋酸甲酯的浓度就小于平衡组成,从而打破了化学平衡的限制。使得酯化反应向生成醋酸甲酯的方向进行。与此同时,由于醋酸是从反应段上部进入,上层的醋酸含量较大,在参与酯化反应的同时也是萃取剂,在醋酸中的溶解度比其在醋酸甲酯中的溶解度更大,这样MeOAc/H₂O中的H₂O优先溶解到醋酸中,打破了共沸组成,使得复杂的共沸物得到了有效的分离。

[0024] 本发明设计的外挂反应器为酯化反应的发生场所,由于产物醋酸甲酯的沸点低于原料甲醇和醋酸,生成的醋酸甲酯率先从塔板的液相反应体系中分离出来,气化进入上层塔板,这样液相中醋酸甲酯的浓度就小于平衡组成,从而打破了化学平衡的限制。使得酯化反应向生成醋酸甲酯的方向进行。

[0025] 作为优选方案,原料甲醇的进料浓度为99%以上,wt%。优选进料浓度为99%、99.2%、99.5%、99.7%;原料甲醇和醋酸的进料比为(1.2~1.6):1, 优选1.2:1、1.3:1、1.4:1、1.5:1、1.6:1;最终塔顶醋酸甲酯产品质量分数大于97%,可达97.5%、98%、98.5%、99%、99.5。

[0026] 实施例:甲醇的进料质量流量为2135.6kg/hr,醋酸的进料质量流量为3364.9kg/hr,采用BHS II 型高效填料和强酸型阳离子交换树脂为催化剂,通过计算及工业应用实践的回归,得到T1塔塔径为1.2m,通过反应精馏塔的外挂反应器中进行酯化反应,生成的醋酸甲酯率先从塔板的液相反应体系中分离出来,气化进入上层塔板,通过萃取段的提浓与分离,打破共沸体系,使得反应平衡不断向着醋酸甲酯的方向进行,同时塔顶连续采出醋酸甲酯产品,其质量分数达到99%以上,wt%。

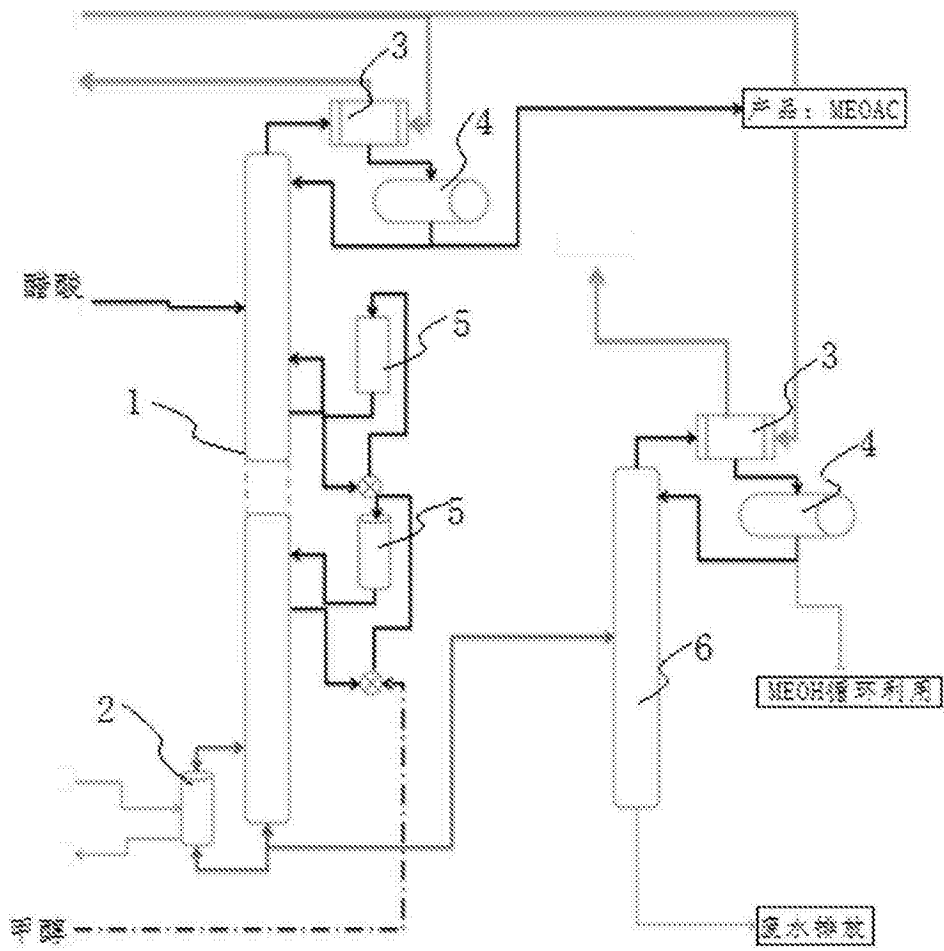


图1