



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103113186 B

(45) 授权公告日 2014. 12. 31

(21) 申请号 201210446665. 6

审查员 王勤耕

(22) 申请日 2012. 11. 11

(73) 专利权人 安徽金禾实业股份有限公司

地址 239200 安徽省滁州市来安县东大街
127 号

(72) 发明人 陶长文 姜维强

(74) 专利代理机构 安徽省蚌埠博源专利商标事

务所 34113

代理人 杨晋弘

(51) Int. Cl.

C07C 27/00(2006. 01)

C07C 49/08(2006. 01)

C07C 45/57(2006. 01)

C07C 53/08(2006. 01)

C07C 51/087(2006. 01)

权利要求书1页 说明书3页 附图1页

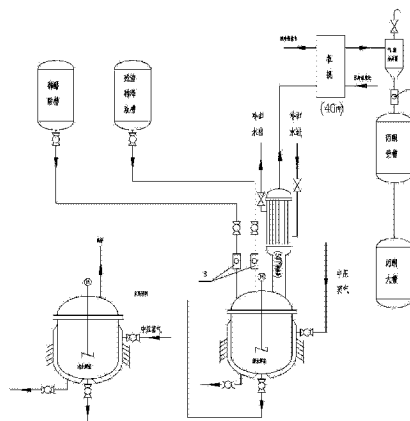
(54) 发明名称

一种双乙烯酮生产残渣的处理方法及装置

(57) 摘要

本发明涉及一种双乙烯酮生产残渣的处理方法及装置,设置两个串联的前水解釜和后水解釜;前水解釜与水冷立式换热器连接,水冷立式换热器依次与浅冷板式换热器、气液分离器、丙酮接收槽及丙酮储槽连接;后水解釜与水解填料塔连接,水解填料塔依次与冷凝器、冷却器、气液分离器及水解酸接收槽连接。前水解釜进行烯酸及残渣稀释液滴加、升温、保温三个步骤;后水解釜进行常压出料、负压出料以及抽提浓渣三个步骤。本发明优点是:1. 从间断式生产转变为半连续性生产,处理能力加强;2. 操作方法灵活多变,能及时的处理突发事件,排除了传统工艺的安全隐患;

3. 减少环境污染,产品回收率提高。



1. 一种双乙烯酮生产残渣的处理方法,包括将精馏工序后产生的残渣与泵后液以 2:1 的比例混合成残渣稀释液,残渣稀释液送到水解工序中进行水解反应步骤,其特征在于:

设置两个串联的前水解釜和后水解釜,前水解釜进行稀酸及残渣稀释液滴加、升温、保温三个步骤;后水解釜进行常压出料、负压出料以及抽提浓渣三个步骤。

2. 一种双乙烯酮生产残渣的处理装置,其特征在于:

a、设置两个串联的前水解釜和后水解釜,前水解釜顶部分别通过管道与稀酸槽、残渣稀释液连接,前水解釜底部通过管道与后水解釜连接;

b、前水解釜通过管道与水冷立式换热器连接,水冷立式换热器通过管道依次与浅冷板式换热器、气液分离器、丙酮接收槽及丙酮储槽连接;

c、后水解釜通过管道与水解填料塔连接,水解填料塔通过管道依次与冷凝器、冷却器、气液分离器及水解酸接收槽连接。

一种双乙烯酮生产残渣的处理方法及装置

[0001] 技术领域：

[0002] 本发明涉及双乙烯酮的生产方法，特别涉及双乙烯酮残渣与生产双乙烯酮时产生的泵后液的水解处理方法及装置。

[0003] 背景技术：

[0004] 如图 1 所示，双乙烯酮生产过程中精馏工序后的残渣与泵后液以 2:1 的比例混合成残渣稀释液，残渣稀释液送到水解工段进行水解，在水解釜中通过加热稀酸，形成回流，然后将残渣稀释液滴加进去，进行水解反应。其中双乙烯酮与醋酸反应生成醋酐、丙酮和二氧化碳；醋酐和水反应生成醋酸，最终所得产品为丙酮和醋酸，排出无法处理的固体残渣，作为固体燃料使用。

[0005] 传统工艺的水解岗位只设一套水解反应釜，水解岗位的几个生产步骤(升温、滴加、保温、常压出料、负压出料)都是在一个水解反应釜里进行。只要有一个步骤出现了不正常现象，整个系统将会瘫痪，从而影响整个生产。轻负荷生产情况下水解岗位可以处理掉来自精馏岗位的残渣稀释液。在开两条线的情况下，即精馏满负荷开车的情况下，水解岗位的处理能力就变得捉襟见肘，更不要提处理提浓渣了。总是时不时的出现残渣稀释液胀满现象，严重威胁到正常的生产。

[0006] 传统工艺对水解岗位的副产品——丙酮，做不到有效的回收，甚至不能回收，对大气环境产生一定的污染，对企业效益形成了明显的浪费。最重要的一点，此装置为间断式生产，一步停，步步停。

[0007] 发明内容：

[0008] 本发明的目的就是解决现有技术中水解工序间断式生产效率低、丙酮不能有效回收的缺陷，提出的一种双乙烯酮生产残渣的处理方法及装置。

[0009] 本发明采用的技术方案如下：

[0010] 一种双乙烯酮生产残渣的处理方法，包括将精馏工序后产生的残渣与泵后液以 2:1 的比例混合成残渣稀释液，残渣稀释液送到水解工序中进行水解反应步骤，其特征在于：

[0011] 设置两个串联的前水解釜和后水解釜，前水解釜进行稀酸及残渣稀释液滴加、升温、保温三个步骤；后水解釜进行常压出料、负压出料以及抽提浓渣三个步骤。

[0012] 本发明还提供了一种双乙烯酮生产残渣的处理装置，其特征在于：

[0013] a、设置两个串联的前水解釜和后水解釜，前水解釜顶部分别通过管道与稀酸槽、残渣稀释液连接，前水解釜底部通过管道与后水解釜连接；

[0014] b、前水解釜通过管道与水冷立式换热器连接，水冷立式换热器通过管道依次与浅冷板式换热器、气液分离器、丙酮接收槽及丙酮储槽连接；

[0015] c、后水解釜通过管道与水解填料塔连接，水解填料塔通过管道依次与冷凝器、冷却器、气液分离器及水解酸接收槽连接。

[0016] 本发明的有益效果：将原来水解工序的间断式生产，变成半连续性生产，水解工序处理能力大幅加强，有效的节省了时间，能及时的处理突发事件，并保证了装置的正常稳定

运行。另一方面,丙酮得到有效回收,减少环境污染,产品回收率提高,排除了传统工艺的安全隐患。

[0017] 附图说明:

[0018] 图 1 是现有的双乙烯酮生产中残渣水解工艺流程图;

[0019] 图 2 是本发明提供的双乙烯酮生产残渣的处理装置示意图。

[0020] 具体实施方式:

[0021] 如图 2 所示,本发明提供的一种双乙烯酮生产残渣的处理方法及装置,包括设备和工艺步骤两方面的改进。

[0022] 一、设备的改进

[0023] 如图 2 所示,水解岗位加装了一个 5t 的前水解釜、一个 50m² 立式换热器(水冷)、一个 40 m² 浅冷板式换热器。

[0024] 将稀醋酸槽、残渣稀释液槽通过管道并联于前水解釜上,管道中设有阀门。前水解釜接一出气管与立式换热器底部相连,立式换热器的顶部与板式换热器相连,板式换热器出口接到气液分离器,气液分离器的下液口接到丙酮接受槽,中间加一视镜 s,以便于观察丙酮出料量,丙酮接受槽底部通过管道连接丙酮大槽。

[0025] 在加了一个立式换热器后,浅冷板换的进口温度就可以自由调控了。目前水解的副产物——丙酮的回收情况得到大幅度的提高。目前,丙酮不需要直排,并得到了有效的回收,对环境起到了一定的保护,为企业带来了效益。丙酮的含量也在逐步提高。

[0026] 投料酸(稀酸)与残渣稀释液的比例是 1:2,其具体数量与生产实际情况结合。滴加时的压力控制在 2—5 Kpa,板换出口温度控制在 56—65℃。使得丙酮能够得到最大程度回收的同时,又保证了稀酸的回流量不会太小,保证了滴加时的安全。也解决了丙酮进入投料酸,进入下一道工序的安全隐患。这是本发明的又一个亮点。滴加时间 2—2.5 小时,保温时间不低于 1 小时,使得残渣稀释液得到了充分的反应,为后面的步骤提供了有力的保障。最主要的是放渣温度最终下调了 3—5℃,。就是这 3—5℃ 的下调,极大的降低了水解釜干锅现象的发生,又一次解决了传统工艺的安全隐患。

[0027] 采用本发明的技术方案,新水解釜进行升温、滴加、保温三个操作步骤;老水解釜进行常压出料、负压出料以及抽提浓渣三个步骤,分工明确,又将两个大部分分开,彼此之间可串联,可断开操作。有利于水解操作。

[0028] 二、工艺步骤的改进:

[0029] 实施例 1:

[0030] 残渣稀释液正常的情况下,先向前水解釜中投入 900kg 稀醋酸(含量 45%—55%),开始开启前水解釜加热蒸汽升温,蒸汽压力控制在 0.2MPa。看到回流视镜中有回流时(温度 80℃—95℃),关闭蒸汽,开始慢慢滴加残渣稀释液(1.8t)。滴加时,前水解釜压力控制在 2—5KPa,滴加时间控制在 2h 左右。滴加结束后,保温 30—60min,釜温保持在 90—95℃,使之充分反应。此时,板换进口温度控制在 56℃—65℃,此时就是产生丙酮的时间,丙酮接受槽顶部视镜将会看到出料。得到的丙酮含量约为 60%—80%。

[0031] 保温结束后,通过将后水解釜拉负压,抽取前水解釜里已经反应完全的物料。抽取结束后,将前水解釜底阀关闭,进行下一批的操作。后水解釜进行常压出料,用时约 2h,蒸汽压力 0.3—0.4MPa,釜温升至 130℃时,开始负压出料,在负压约为 -80KPa 的状态下,用时约

为 2h, 蒸汽压力 0.4-0.5MPa, 釜温升至 150℃左右时, 将后水解釜泄为常压状态。开启后水解釜底部阀门, 排放残渣, 冷却后形成固体。可用于做固体燃料。后水解釜所出的物料为醋酸, 含量约为 55.3% -72.9%。

[0032] 注: 所有水解釜的加热方法都为夹套式加热。所有反应过程中, 水解釜自带的搅拌一直是开启状态。

[0033] 实施例 2:

[0034] 残渣稀释液结存较多的情况下, 先向前水解釜中投入 1000kg 稀醋酸(含量 45% -55%), 开始开启前水解釜加热蒸汽升温, 蒸汽压力控制在 0.2MPa。看到回流视镜中有回流时(温度 80℃—95℃), 关闭蒸汽, 开始慢慢滴加残渣稀释液(2t)。滴加时, 前水解釜压力控制在 2-8KPa, 滴加时间控制在 2h 左右。滴加结束后, 保温 1h。釜温保持在 90—95℃, 使之充分反应。此时, 板换进口温度控制在 56℃—65℃, 此时就是产生丙酮的时间, 丙酮接受槽顶部视镜将会看到出料。得到的丙酮含量约为 60% -80%。

[0035] 保温结束后, 通过将后水解釜拉负压, 抽取前水解釜里已经反应完全的物料。抽取结束后, 将前水解釜底阀关闭, 进行下一批的操作。后水解釜进行常压出料, 用时约 2h, 蒸汽压力 0.4-0.5MPa, 釜温升至 130℃时, 开始负压出料, 在负压约为 -80KPa 的状态下, 用时约为 2h, 蒸汽压力 0.4-0.6MPa, 釜温升至 150℃左右时, 将后水解釜泄为常压状态。开启后水解釜底部阀门, 排放残渣, 冷却后形成固体。可用于做固体燃料。后水解釜所出的物料为醋酸, 含量约为 55.3% -72.9%。

[0036] 注: 所有水解釜的加热方法都为夹套式加热。所有反应过程中, 水解釜自带的搅拌一直是开启状态。

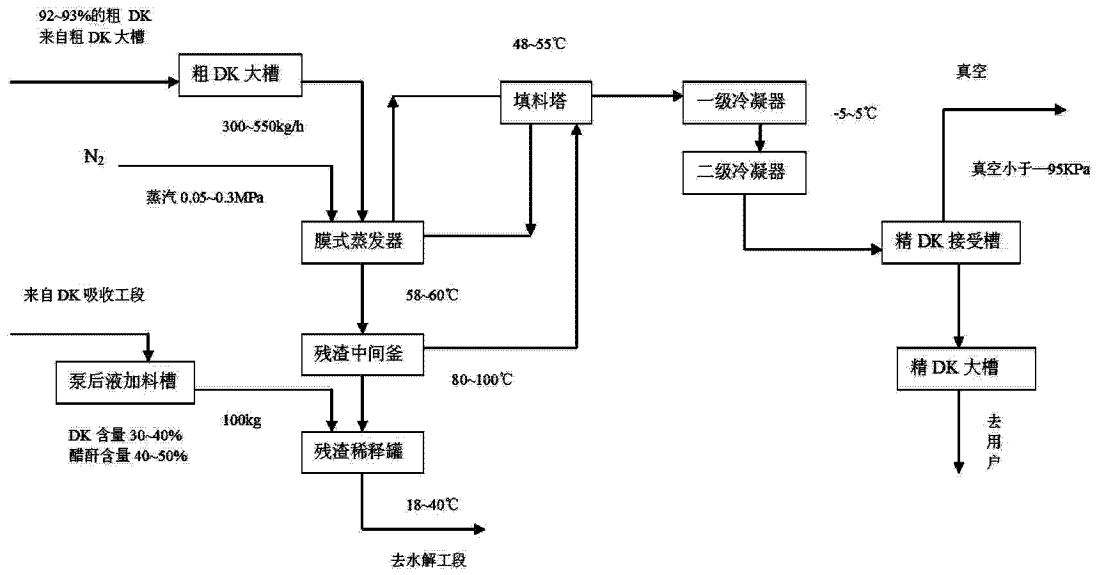


图 1

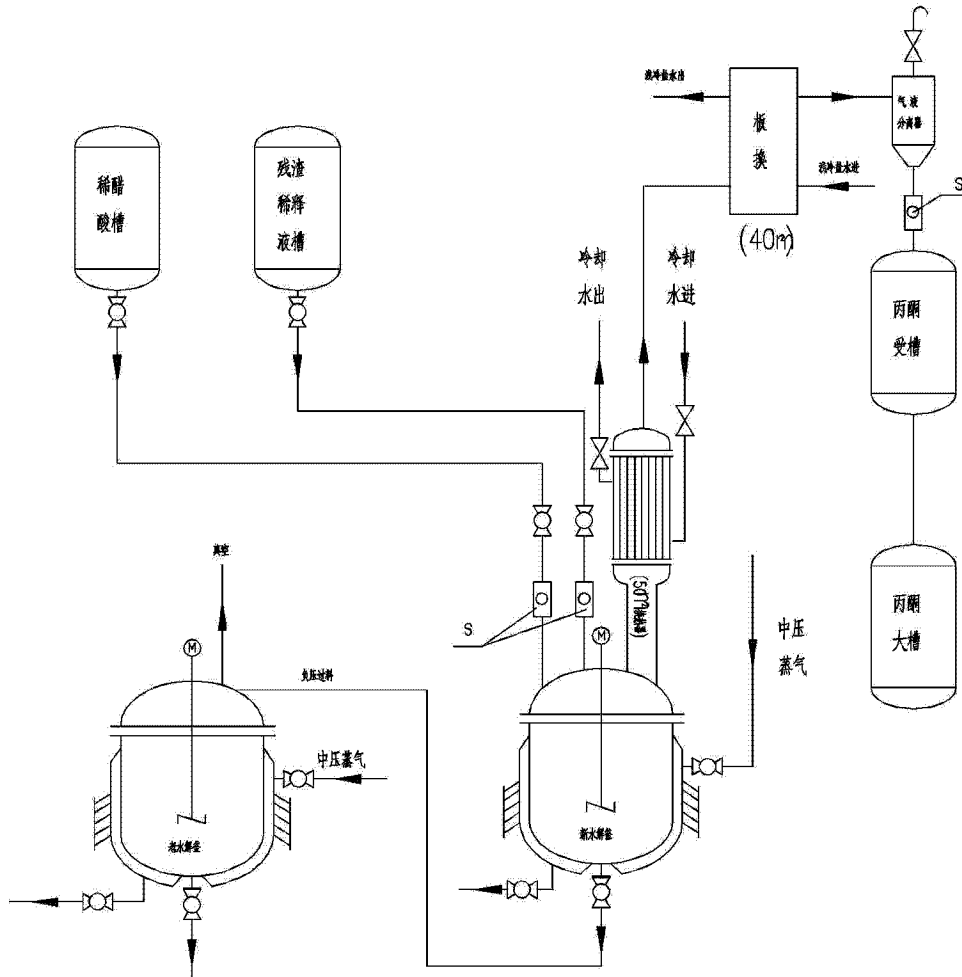


图 2