



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 112538002 B

(45) 授权公告日 2023. 03. 21

(21) 申请号 202011421049.6

(22) 申请日 2020.12.08

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 112538002 A

(43) 申请公布日 2021.03.23

(73) 专利权人 天津天南同创科技发展有限公司
地址 300392 天津市滨海新区华苑产业区
海泰创新六路2号2-1-803

(72) 发明人 黄辉 张驰 池红卫

(74) 专利代理机构 天津盛理知识产权代理有限公司 12209

专利代理师 陈娟

(51) Int. Cl.

C07C 29/82 (2006.01)

C07C 31/20 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 104926608 A, 2015.09.23

CN 108017517 A, 2018.05.11

US 2017174596 A1, 2017.06.22

CN 103396290 A, 2013.11.20

CN 103664522 A, 2014.03.26

杨颜如 等. 生物质化工醇中乙二醇和. 《现代化工》. 2018,

朱连天. 乙二醇-1,2-丁二醇汽液相平衡及分离的研究. 《中国优秀硕士学位论文全文数据库 (工程科技I辑)》. 2012,

审查员 路靖童

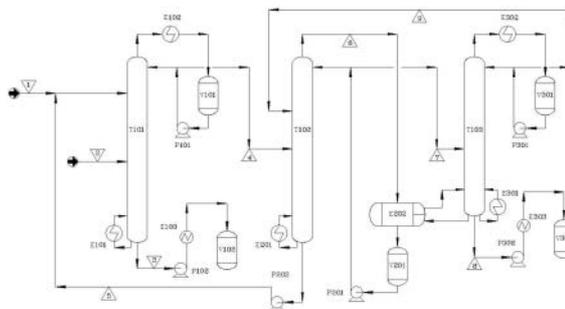
权利要求书1页 说明书6页 附图1页

(54) 发明名称

一种共沸精馏分离乙二醇和1,2-丁二醇的工艺方法

(57) 摘要

本发明涉及一种共沸精馏分离乙二醇和1,2-丁二醇的工艺方法,将乙二醇和1,2-丁二醇的混合物与共沸剂草酸二乙酯送至乙二醇精制塔分离精制出乙二醇产品后,塔顶为1,2-丁二醇和草酸二乙酯的共沸混合物,再送至共沸剂回收塔,共沸剂回收塔塔底回收共沸剂草酸二乙酯并循环至乙二醇精制塔使用,将共沸剂回收塔塔顶1,2-丁二醇和草酸二乙酯的共沸混合物送至脱丁二醇塔,脱丁二醇塔塔底分离精制出1,2-丁二醇产品,将脱丁二醇塔塔顶1,2-丁二醇和草酸二乙酯的共沸混合物循环送至共沸剂回收塔。本发明提出了以草酸二乙酯作为共沸剂从煤制乙二醇的草酸二甲酯工艺路线中的乙二醇和1,2-丁二醇的混合物中分离出乙二醇和1,2-丁二醇,生产过程中不会堵塞工艺管道。



1. 一种共沸精馏分离乙二醇和1,2-丁二醇的工艺方法,其特征在于:将乙二醇和1,2-丁二醇的混合物与共沸剂草酸二乙酯送至乙二醇精制塔分离精制出乙二醇产品后,塔顶为1,2-丁二醇和草酸二乙酯的共沸混合物,再送至共沸剂回收塔,共沸剂回收塔塔底回收共沸剂草酸二乙酯并循环至乙二醇精制塔使用,将共沸剂回收塔塔顶1,2-丁二醇和草酸二乙酯的共沸混合物送至脱丁二醇塔,脱丁二醇塔塔底分离精制出1,2-丁二醇产品,将脱丁二醇塔塔顶1,2-丁二醇和草酸二乙酯的共沸混合物循环送至共沸剂回收塔;

所述乙二醇精制塔的操作压力为绝压2~35kPa,理论塔板数35~80块,回流比5~14,塔釜温度不超过165℃;

所述共沸剂回收塔的操作压力为绝压80~115kPa,理论塔板数20~60块,回流比5~14,塔釜温度不超过191℃;

所述脱丁二醇塔的操作压力为绝压2~25kPa,理论塔板数20~60块,回流比8~18,塔釜温度不超过155℃。

2. 根据权利要求1所述的工艺方法,其特征在于:将共沸剂回收塔塔顶气用作脱丁二醇塔塔釜再沸器热源。

3. 根据权利要求1所述的工艺方法,其特征在于:共沸剂回收塔塔顶气换热后一部分回到共沸剂回收塔作为回流液,另一部分送至脱丁二醇塔。

4. 根据权利要求1所述的工艺方法,其特征在于:实现该方法的装置包括乙二醇精制塔、共沸剂回收塔,脱丁二醇塔,乙二醇精制塔的塔釜出料口通过管路连接乙二醇精制塔釜泵、乙二醇产品冷却器、乙二醇产品罐;乙二醇精制塔的塔顶出料口通过管路连接乙二醇精制塔冷凝器、乙二醇精制塔回流罐、乙二醇精制塔回流泵,乙二醇精制塔回流泵的出口分成两路,一路连接至乙二醇精制塔的顶部回流口,另一路连接至共沸剂回收塔的进料口,所述共沸剂回收塔的塔釜出料口通过共沸剂回收塔釜泵连接至乙二醇精制塔的共沸剂进口管线,共沸剂回收塔的塔顶出口通过管线连接至共沸剂回收塔冷凝器的壳程进口,共沸剂回收塔冷凝器的壳程出口连接共沸剂回收塔回流罐、共沸剂回收塔回流泵,共沸剂回收塔回流泵的出口分成两路,一路连接至共沸剂回收塔的顶部回流口,另一路连接至脱丁二醇塔的进料口,脱丁二醇塔的塔顶出料口通过管路连接脱丁二醇塔冷凝器、脱丁二醇塔回流罐、脱丁二醇塔回流泵,脱丁二醇塔回流泵的出口分成两路,一路连接至脱丁二醇塔的塔顶回流口,另一路连接至共沸剂回收塔的进料口,脱丁二醇塔的塔釜出料口通过管路连接脱丁二醇塔釜泵、1,2-丁二醇产品冷却器、1,2-丁二醇产品罐。

5. 根据权利要求4所述的方法,其特征在于:所述脱丁二醇塔的塔釜连接脱丁二醇塔补充再沸器。

6. 根据权利要求4所述的方法,其特征在于:所述的共沸剂回收塔冷凝器同时作为脱丁二醇塔的再沸器,共沸剂回收塔冷凝器管程的进出口分别与脱丁二醇塔的塔釜连接。

7. 根据权利要求4所述的方法,其特征在于:所述乙二醇精制塔、共沸剂回收塔、脱丁二醇塔选用板式塔、散装填料塔或规整填料塔的一种或几种相结合。

一种共沸精馏分离乙二醇和1,2-丁二醇的工艺方法

技术领域

[0001] 本发明涉及化工分离技术领域,具体涉及一种共沸精馏分离乙二醇和1,2-丁二醇的方法,特别是煤制乙二醇路线中的粗乙二醇分离精制乙二醇和1,2-丁二醇。

背景技术

[0002] 乙二醇作为一种重要的化工原料,主要用于生产聚酯涤纶、聚酯树脂、增塑剂、表面活性剂、合成纤维等,也可用作染料和油墨的溶剂、冷却液等,我国已成为世界上最大的乙二醇消费国。为了降低对石油资源的依赖,采用煤制乙二醇路线越来越受到重视,对我国具有重要现实意义。

[0003] 煤制乙二醇的草酸二甲酯工艺路线中,乙二醇和副产物1,2-丁二醇沸点比较接近,相差4.5℃,且二者会形成低点共沸物,采用普通精馏技术难以实现二者的彻底分离。

[0004] 目前常用方法有变压精馏、萃取精馏、反应精馏、选择性吸附和共沸精馏等方法。在变压精馏分离方法中,Huizenga和Sanders实现乙二醇与1,2-丁二醇的分离,从高压塔釜得到99.6%的乙二醇,未能从低压塔釜有效地分离出1,2-丁二醇,由于乙二醇和1,2-丁二醇的共沸物组成随压力变化较小,因而循环量较大,增加塔的操作负荷,不利于实际应用。对于萃取精馏分离方法,杨颜如指出乙二醇和1,2-丁二醇本身沸点较高,选择具有更高沸点的第三种极性溶剂很困难,另外后续的第三组分溶剂的回收能耗较高,使得该工艺技术失去优势。对于反应精馏分离方法,高鑫等提出了一种利用丙酮分离乙二醇和1,2-丁二醇的反应精馏工艺,Chopade和Sharma提出利用羟醛缩合反应将乙二醇等二元醇转化为高沸点差的缩醛类化合物从而降低分离难度,但是反应精馏最主要的两个问题是工艺流程过长和水解反应耗水过多。对于选择性吸附,刘俊涛用MF1型沸石吸附床对乙二醇和1,2-丁二醇溶液进行提纯,乙二醇纯度可达99.8%,但吸附剂寿命短、再生难度大、生产能力小等问题制约其工业化。

[0005] 对于共沸精馏分离方法,艾硕、郑明远等指出采用共沸精馏可显著提高二醇之间的相对挥发度,从而减少理论板数,降低精馏塔固定成本,目前所发现的共沸剂多数与主产品乙二醇形成共沸物,因此共沸剂用量及能耗较高。文献CN108017517B则避开了共沸剂与主产品乙二醇形成共沸物的问题,采用DMO共沸剂与1,2-丁二醇形成共沸物,可得纯度99.9%的乙二醇和纯度99.5%的1,2-丁二醇。但该工艺纯在以下不足:采用的共沸剂DMO凝固点为54℃,生产过程中容易堵塞工艺管道,检修维护不便;乙二醇分离塔和乙二醇精制塔在压力8~10bar下操作,该压力下乙二醇沸点在265~280℃之间,然而乙二醇是热敏性物质高温下容易发生聚合;乙二醇分离塔、乙二醇精制塔、低压塔和高压塔的操作压力分别为8~10bar、8~10bar、5~10bar、10~30bar,需采用压力容器设备,设备投资费用高;工艺在高压下操作,蒸馏压强越高,相对挥发度愈小,分离变得愈难,同时塔釜、塔顶温度均很高,需要采用高品位热源且冷却水循环用量大,意味着操作费用高。

发明内容

[0006] 本发明所要解决的技术问题是现有技术分离能耗高、设备投资费用高的问题,提供一种共沸精馏分离乙二醇和1,2-丁二醇的方法。本申请的发明人在研发过程中发现草酸二乙酯只与1,2-丁二醇形成共沸物,不与乙二醇形成共沸物,基于此发现而提供的分离方法具有能耗低,所得乙二醇、1,2-丁二醇纯度高、收率高的特点。

[0007] 为解决上述技术问题,本发明采取的技术方案如下:

[0008] 一种共沸精馏分离乙二醇和1,2-丁二醇的方法,将乙二醇和1,2-丁二醇的混合物与共沸剂草酸二乙酯送至乙二醇精制塔分离精制出乙二醇产品后,塔顶为1,2-丁二醇和草酸二乙酯的共沸混合物,再送至共沸剂回收塔与脱丁二醇塔构成的双塔流程,共沸剂回收塔塔底回收共沸剂草酸二乙酯并循环至乙二醇精制塔使用,将共沸剂回收塔塔顶1,2-丁二醇和草酸二乙酯的共沸混合物送至脱丁二醇塔,脱丁二醇塔塔底分离精制出1,2-丁二醇产品,将脱丁二醇塔塔顶1,2-丁二醇和草酸二乙酯的共沸混合物循环送至共沸剂回收塔;其中,将共沸剂回收塔塔顶气作为脱丁二醇塔塔釜再沸器热源。

[0009] 上述技术方案中,优选地,所述乙二醇精制塔的操作压力为绝压2~35kPa,理论塔板数35~80块,回流比5~14,塔釜温度不超过165℃。

[0010] 上述技术方案中,优选地,所述共沸剂回收塔的操作压力为绝压80~115kPa,理论塔板数20~60块,回流比5~14,塔釜温度不超过191℃。

[0011] 上述技术方案中,优选地,所述脱丁二醇塔的操作压力为绝压2~25kPa,理论塔板数20~60块,回流比8~18,塔釜温度不超过155℃。

[0012] 上述技术方案中,优选地,所述共沸剂回收塔的塔顶共沸气中含有1,2-丁二醇的浓度为19.8~30.8(wt%)。

[0013] 上述技术方案中,优选地,所述脱丁二醇塔的塔顶共沸物中含有1,2-丁二醇的浓度为5.7~18.5(wt%)。

[0014] 上述技术方案中,优选地,所述作为脱丁二醇塔塔釜再沸器热源的共沸剂回收塔塔顶气换热后,一部分回到共沸剂回收塔作为回流液,其余送至脱丁二醇塔。

[0015] 上述技术方案中,优选地,所述乙二醇精制塔、共沸剂回收塔和脱丁二醇塔选用板式塔、散装填料塔或规整填料塔的一种或几种相结合。

[0016] 一种共沸精馏分离乙二醇和1,2-丁二醇的工艺装置,包括乙二醇精制塔、共沸剂回收塔,脱丁二醇塔,乙二醇精制塔的塔釜出料口通过管路连接乙二醇精制塔釜泵、乙二醇产品冷却器、乙二醇产品罐;乙二醇精制塔的塔顶出料口通过管路连接乙二醇精制塔冷凝器、乙二醇精制塔回流罐、乙二醇精制塔回流泵,乙二醇精制塔回流泵的出口分成两路,一路连接至乙二醇精制塔的顶部回流口,另一路连接至共沸剂回收塔的进料口,所述共沸剂回收塔的塔釜出料口通过共沸剂回收塔釜泵连接至乙二醇精制塔的共沸剂进口管线,共沸剂回收塔的塔顶出口通过管线连接至共沸剂回收塔冷凝器的壳程进口,共沸剂回收塔冷凝器的壳程出口连接共沸剂回收塔回流罐、共沸剂回收塔回流泵,共沸剂回收塔回流泵的出口分成两路,一路连接至共沸剂回收塔的顶部回流口,另一路连接至脱丁二醇塔的进料口,脱丁二醇塔的塔顶出料口通过管路连接脱丁二醇塔冷凝器、脱丁二醇塔回流罐、脱丁二醇塔回流泵,脱丁二醇塔回流泵的出口分成两路,一路连接至脱丁二醇塔的塔顶回流口,另一路连接至共沸剂回收塔的进料口,脱丁二醇塔的塔釜出料口通过管路连接脱丁二醇塔釜

泵、1,2-丁二醇产品冷却器、1,2-丁二醇产品罐。

[0017] 所述的共沸剂回收塔冷凝器同时作为脱丁二醇塔的再沸器,共沸剂回收塔冷凝器的管程的进出口分别与脱丁二醇塔的塔釜连接。为了进一步补充热量,所述脱丁二醇塔的塔釜连接脱丁二醇塔补充再沸器。

[0018] 本发明具有以下有益效果:

[0019] 1.本发明提出了以草酸二乙酯作为共沸剂从煤制乙二醇的草酸二甲酯工艺路线中的乙二醇和1,2-丁二醇的混合物中分离出乙二醇和1,2-丁二醇,草酸二乙酯凝固点-40.6℃,生产过程中不会堵塞工艺管道。

[0020] 2、乙二醇精制塔在真空下操作,乙二醇不容易发生聚合。

[0021] 3、整个工艺是在低压下操作,不涉及到压力容器,设备投资费用低,且低压下塔釜温度低,不需用到高品位热源。

[0022] 4、将共沸剂回收塔塔顶气作为脱丁二醇塔塔釜再沸器热源,既减少了脱丁二醇塔的蒸汽消耗,又节省了共沸剂回收塔冷凝器的循环水消耗,降低了工艺的操作费用,经济效益明显。

附图说明

[0023] 图1为本发明采用共沸精馏方法的工艺流程图。

[0024] 图1中,T101为乙二醇精制塔,T102为共沸剂回收塔,T103为脱丁二醇塔,E101为乙二醇精制塔再沸器,E102为乙二醇精制塔冷凝器,E103为乙二醇产品冷却器,E201为共沸剂回收塔再沸器,E202为共沸剂回收塔冷凝器兼为脱丁二醇塔再沸器,E301为脱丁二醇塔补充再沸器,E302为脱丁二醇塔冷凝器,E303为1,2-丁二醇产品冷却器,P101为乙二醇精制塔回流泵,P102为乙二醇精制塔釜泵,P201为共沸剂回收塔回流泵,P202为共沸剂回收塔釜泵,P301为脱丁二醇塔回流泵,P302为脱丁二醇塔釜泵,V101为乙二醇精制塔回流罐,V102为乙二醇产品罐,V201为共沸剂回收塔回流罐,V301为脱丁二醇塔回流罐,V302为1,2-丁二醇产品罐,1为补充共沸剂草酸二乙酯,2为乙二醇和1,2-丁二醇的混合物,3为乙二醇产品,4为1,2-丁二醇和草酸二乙酯的共沸混合液,5为共沸剂草酸二乙酯,6为共沸剂回收塔顶1,2-丁二醇和草酸二乙酯的共沸混合气,7为1,2-丁二醇和草酸二乙酯的共沸混合液,8为1,2-丁二醇产品,9为1,2-丁二醇和草酸二乙酯共沸循环液。

具体实施方式

[0025] 以下结合具体实施例,对本发明采用的共沸精馏分离乙二醇和1,2-丁二醇的方法做进一步详细说明。

[0026] 一种共沸精馏分离乙二醇和1,2-丁二醇的工艺装置,包括乙二醇精制塔T101、共沸剂回收塔T102,脱丁二醇塔T103,乙二醇精制塔T101具有两个进料口,乙二醇精制塔T101的塔釜连接乙二醇精制塔再沸器E101,乙二醇精制塔T101的塔釜出料口通过管路依次连接乙二醇精制塔釜泵P102、乙二醇产品冷却器E103、乙二醇产品罐V102。乙二醇精制塔T101的塔顶出料口通过管路依次连接乙二醇精制塔冷凝器E102、乙二醇精制塔回流罐V101、乙二醇精制塔回流泵P101,乙二醇精制塔回流泵P101的出口分成两路,一路连接至乙二醇精制塔的顶部回流口,另一路连接至共沸剂回收塔T102的进料口。所述共沸剂回收塔T102具有

两个进料口。共沸剂回收塔T102的塔釜连接共沸剂回收塔再沸器E201,共沸剂回收塔T102的塔釜出料口通过共沸剂回收塔釜泵P202连接至乙二醇精制塔T101的共沸剂进口管线。共沸剂回收塔T102的塔顶出口通过管线连接至共沸剂回收塔冷凝器E202的壳程进口,共沸剂回收塔冷凝器E202同时作为脱丁二醇塔T103的再沸器。(管程的进出口分别于脱丁二醇塔T103的塔釜连接)共沸剂回收塔冷凝器E202的壳程出口依次连接共沸剂回收塔回流罐V201、共沸剂回收塔回流泵P201,共沸剂回收塔回流泵P201的出口分成两路,一路连接至共沸剂回收塔T102的顶部回流口,另一路连接至脱丁二醇塔T103的进料口,脱丁二醇塔T103的塔顶出料口通过管路依次连接脱丁二醇塔冷凝器E302、脱丁二醇塔回流罐V301、脱丁二醇塔回流泵P301,脱丁二醇塔回流泵P301的出口分成两路,一路连接至脱丁二醇塔T103的塔顶回流口,另一路连接至共沸剂回收塔T102的另一进料口。脱丁二醇塔T103的塔釜出料口通过管路依次连接脱丁二醇塔釜泵P302、1,2-丁二醇产品冷却器E303、1,2-丁二醇产品罐V302。所述脱丁二醇塔T103的塔釜连接脱丁二醇塔补充再沸器E301。

[0027] 一种共沸精馏分离乙二醇和1,2-丁二醇的工艺方法,将乙二醇和1,2-丁二醇的混合物2与共沸剂草酸二乙酯5送至乙二醇精制塔T101,乙二醇精制塔再沸器E101为乙二醇精制塔供热,分离精制出乙二醇产品3后,由乙二醇精制塔釜泵P102泵送经乙二醇产品冷却器E103后进入乙二醇产品罐V102,塔顶1,2-丁二醇和草酸二乙酯的共沸混合气经乙二醇精制塔冷凝器E102冷凝后进入乙二醇精制塔回流罐V101,回流罐液体经过乙二醇精制塔回流泵P101增压后一部分回流,一部分1,2-丁二醇和草酸二乙酯的共沸混合液4送至共沸剂回收塔T102与脱丁二醇塔T103构成的双塔流程,共沸剂回收塔T102塔底回收共沸剂草酸二乙酯5经共沸剂回收塔釜泵P202增压后循环至乙二醇精制塔T101,并适时补充共沸剂1,共沸剂回收塔再沸器E201为共沸剂回收塔T102供热,共沸剂回收塔T102塔顶1,2-丁二醇和草酸二乙酯的共沸混合气6经共沸剂回收塔冷凝器E202冷凝后进入共沸剂回收塔回流罐V201,所述的共沸剂回收塔冷凝器E202也是脱丁二醇塔的再沸器,给脱丁二醇塔T103供热。共沸剂回收塔回流罐V201液体经过共沸剂回收塔回流泵P201增压后一部分回流,一部分1,2-丁二醇和草酸二乙酯的共沸混合液7送至脱丁二醇塔T103,脱丁二醇塔补充再沸器E301为脱丁二醇塔T103补充供热,脱丁二醇塔T103塔底分离精制出1,2-丁二醇产品8后,由脱丁二醇塔釜泵P302泵送经1,2-丁二醇产品冷却器E303后进入1,2-丁二醇产品罐V302,脱丁二醇塔T103塔顶1,2-丁二醇和草酸二乙酯的共沸混合气经脱丁二醇塔冷凝器E302冷凝后进入脱丁二醇塔回流罐V301,回流罐液体经过脱丁二醇塔回流泵P301增压后一部分回流,一部分1,2-丁二醇和草酸二乙酯的共沸循环液9循环至共沸剂回收塔T102。

[0028] 乙二醇精制塔T101的操作压力为绝压2~35kPa,理论塔板数35~80块,回流比5~14,塔釜温度不超过165℃。

[0029] 共沸剂回收塔T102的操作压力为绝压80~115kPa,理论塔板数20~60块,回流比5~14,塔釜温度不超过191℃。

[0030] 脱丁二醇塔T103的操作压力为绝压2~25kPa,理论塔板数20~60块,回流比8~18,塔釜温度不超过150℃。

[0031] 共沸剂回收塔T102的塔顶共沸气6中含有1,2-丁二醇的浓度为19.8~30.8(wt%)。

[0032] 脱丁二醇塔T103的塔顶共沸物9中含有1,2-丁二醇的浓度为5.7~17.5(wt%)。

[0033] 乙二醇精制塔T101、共沸剂回收塔T102和脱丁二醇塔T103选用板式塔、散装填料塔或规整填料塔的一种或几种相结合。

[0034] 实施例1

[0035] 采用图1所示流程图,含乙二醇98.3% (wt%) 和1,2-丁二醇1.7% (wt%) 的混合物2与共沸剂草酸二乙酯5,流量1000kg/h,一起进入乙二醇精制塔T101。

[0036] 乙二醇精制塔T101的操作压力为绝压35kPa,理论塔板数45块,回流比14,塔釜温度164.7℃。塔釜得到983.1kg/h、99.99% (wt%) 的乙二醇。

[0037] 共沸剂回收塔T102的操作压力为绝压115kPa,理论塔板数30块,回流比14,塔釜温度190.1℃。

[0038] 脱丁二醇塔T103的操作压力为绝压25kPa,理论塔板数30块,回流比18,塔釜温度154.8℃。塔釜得到16.9kg/h、99.8% (wt%) 的1,2-丁二醇。

[0039] 补充新鲜共沸剂草酸二乙酯量为0.03kg/h。共沸剂回收塔的塔顶共沸气中含有1,2-丁二醇的浓度为25.8 (wt%)。脱丁二醇塔的塔顶共沸物中含有1,2-丁二醇的浓度为17.5 (wt%)。

[0040] 实施例2

[0041] 采用图1所示流程图,含乙二醇98.3% (wt%) 和1,2-丁二醇1.7% (wt%) 的混合物2与共沸剂草酸二乙酯5,流量1000kg/h,一起进入乙二醇精制塔T101。

[0042] 乙二醇精制塔T101的操作压力为绝压30kPa,理论塔板数50块,回流比12.9,塔釜温度160.4℃。塔釜得到983.1kg/h、99.99% (wt%) 的乙二醇。

[0043] 共沸剂回收塔T102的操作压力为绝压110kPa,理论塔板数35块,回流比12.8,塔釜温度188.5℃。

[0044] 脱丁二醇塔T103的操作压力为绝压21kPa,理论塔板数35块,回流比16.5,塔釜温度150.3℃。塔釜得到16.9kg/h、99.8% (wt%) 的1,2-丁二醇。

[0045] 补充新鲜共沸剂草酸二乙酯量为0.03kg/h。共沸剂回收塔的塔顶共沸气中含有1,2-丁二醇的浓度为25.5 (wt%)。脱丁二醇塔的塔顶共沸物中含有1,2-丁二醇的浓度为16.5 (wt%)。

[0046] 实施例3

[0047] 采用图1所示流程图,含乙二醇97.1% (wt%) 和1,2-丁二醇2.9% (wt%) 的混合物2与共沸剂草酸二乙酯5,流量1000kg/h,一起进入乙二醇精制塔T101。

[0048] 乙二醇精制塔T101的操作压力为绝压25kPa,理论塔板数55块,回流比11.8,塔釜温度155.4℃。塔釜得到971.1kg/h、99.98% (wt%) 的乙二醇。

[0049] 共沸剂回收塔T102的操作压力为绝压105kPa,理论塔板数40块,回流比11.6,塔釜温度186.8℃。

[0050] 脱丁二醇塔T103的操作压力为绝压17kPa,理论塔板数40块,回流比15,塔釜温度145℃。塔釜得到28.9kg/h、99.8% (wt%) 的1,2-丁二醇。

[0051] 补充新鲜共沸剂草酸二乙酯量为0.02kg/h。共沸剂回收塔的塔顶共沸气中含有1,2-丁二醇的浓度为25.2 (wt%)。脱丁二醇塔的塔顶共沸物中含有1,2-丁二醇的浓度为15.4 (wt%)。

[0052] 实施例4

[0053] 采用图1所示流程图,含乙二醇97.1% (wt%)和1,2-丁二醇2.9% (wt%)的混合物2与共沸剂草酸二乙酯5,流量1000kg/h,一起进入乙二醇精制塔T101。

[0054] 乙二醇精制塔T101的操作压力为绝压20kPa,理论塔板数60块,回流比10.7,塔釜温度149.6℃。塔釜得到971.1kg/h、99.98% (wt%)的乙二醇。

[0055] 共沸剂回收塔T102的操作压力为绝压100kPa,理论塔板数45块,回流比10.4,塔釜温度184.9℃。

[0056] 脱丁二醇塔T103的操作压力为绝压13kPa,理论塔板数45块,回流比13.5,塔釜温度138.5℃。塔釜得到28.9kg/h、99.8% (wt%)的1,2-丁二醇。

[0057] 补充新鲜共沸剂草酸二乙酯量为0.02kg/h。共沸剂回收塔的塔顶共沸气中含有1,2-丁二醇的浓度为25.0 (wt%)。脱丁二醇塔的塔顶共沸物中含有1,2-丁二醇的浓度为14.1 (wt%)。

[0058] 实施例5

[0059] 采用图1所示流程图,含乙二醇96% (wt%)和1,2-丁二醇4% (wt%)的混合物2与共沸剂草酸二乙酯5,流量1000kg/h,一起进入乙二醇精制塔T101。

[0060] 乙二醇精制塔T101的操作压力为绝压15kPa,理论塔板数65块,回流比9.6,塔釜温度142.4℃。塔釜得到960kg/h、99.99% (wt%)的乙二醇。

[0061] 共沸剂回收塔T102的操作压力为绝压95kPa,理论塔板数50块,回流比9.2,塔釜温度183℃。

[0062] 脱丁二醇塔T103的操作压力为绝压9kPa,理论塔板数50块,回流比12,塔釜温度130.2℃。塔釜得到40kg/h、99.8% (wt%)的1,2-丁二醇。

[0063] 补充新鲜共沸剂草酸二乙酯量为0.02kg/h。共沸剂回收塔的塔顶共沸气中含有1,2-丁二醇的浓度为24.7 (wt%)。脱丁二醇塔的塔顶共沸物中含有1,2-丁二醇的浓度为12.3 (wt%)。

[0064] 实施例6

[0065] 采用图1所示流程图,含乙二醇96% (wt%)和1,2-丁二醇4% (wt%)的混合物2与共沸剂草酸二乙酯5,流量1000kg/h,一起进入乙二醇精制塔T101。

[0066] 乙二醇精制塔T101的操作压力为绝压10kPa,理论塔板数70块,回流比8.5,塔釜温度132.8℃。塔釜得到960kg/h、99.99% (wt%)的乙二醇。

[0067] 共沸剂回收塔T102的操作压力为绝压90kPa,理论塔板数55块,回流比8.2,塔釜温度181℃。

[0068] 脱丁二醇塔T103的操作压力为绝压5kPa,理论塔板数55块,回流比10.5,塔釜温度117.5℃。塔釜得到40kg/h、99.8% (wt%)的1,2-丁二醇。

[0069] 补充新鲜共沸剂草酸二乙酯量为0.02kg/h。共沸剂回收塔的塔顶共沸气中含有1,2-丁二醇的浓度为24.4 (wt%)。脱丁二醇塔的塔顶共沸物中含有1,2-丁二醇的浓度为9.6 (wt%)。

[0070] 以上实施例仅仅是对本发明的阐明,并不是对本发明的限制,且具有各种可修改性,在不脱离本发明的范围内,其均应涵盖在本发明的权利范围中。

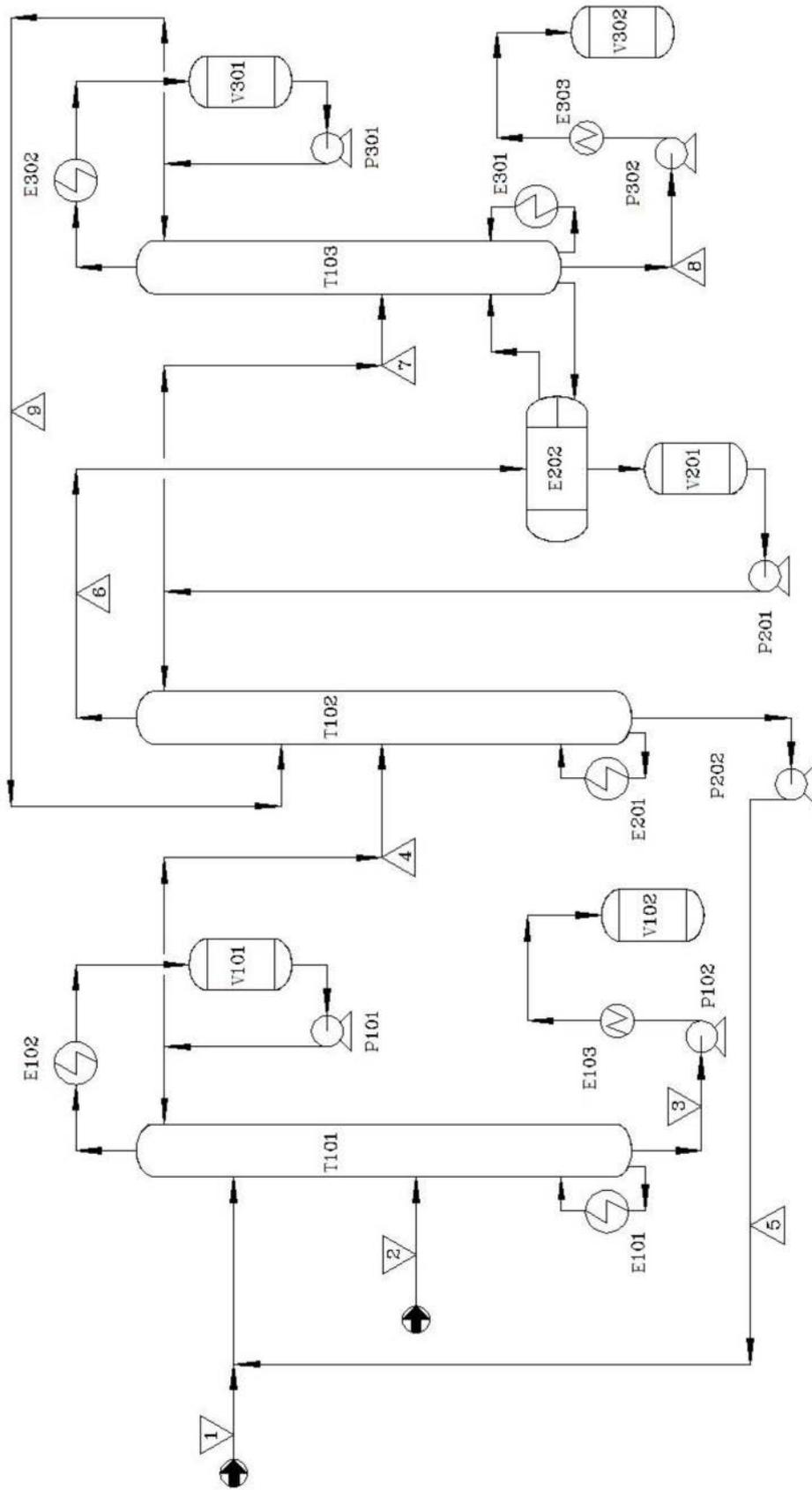


图1