



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105218314 A

(43) 申请公布日 2016. 01. 06

(21) 申请号 201510402310. 0

(22) 申请日 2015. 07. 10

(71) 申请人 南京师范大学

地址 210097 江苏省南京市鼓楼区宁海路
122 号

(72) 发明人 顾正桂 冯微 孙昊

(74) 专利代理机构 南京知识律师事务所 32207

代理人 韩朝晖

(51) Int. Cl.

C07C 29/84(2006. 01)

C07C 31/10(2006. 01)

C07C 31/12(2006. 01)

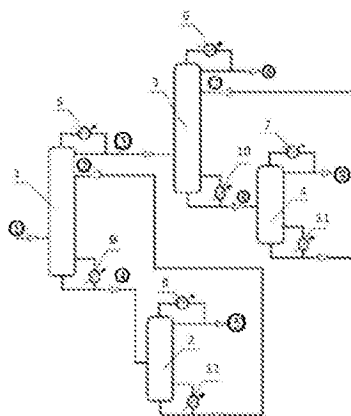
权利要求书1页 说明书6页 附图2页

(54) 发明名称

双萃取精馏塔结合分离异丙醇、叔丁醇及水混合溶液的方法

(57) 摘要

一种双萃取精馏塔结合分离叔丁醇、异丙醇和水的工艺,首先采用复合萃取剂 10 ~ 15%氯化钙的乙二醇溶液萃取精馏分离异丙醇、叔丁醇和水的混合溶液,塔顶得到 98. 8% 以上的异丙醇和叔丁醇混合液,塔底为含水的复合萃取剂,经再生塔处理复合溶剂循环使用;第一萃取精馏塔塔顶得到的叔丁醇和异丙醇混合液经第二萃取精馏塔分离,萃取剂为含 20 ~ 30% 丙二醇的环丁砜溶液,塔顶可得到 96. 5% 以上的异丙醇,塔底得到含叔丁醇混合液的萃取剂,经第二溶剂再生塔处理,塔顶得到 96. 4% 以上的叔丁醇,塔底得到萃取剂循环使用。本发明的萃取分离工艺仅需二次萃取精馏,分离工艺简单,异丙醇和叔丁醇含量均达 96. 0% 以上。



1. 一种双萃取精馏塔结合分离叔丁醇、异丙醇和水的混合溶液的方法,其特征在于,所述的方法包括如下步骤:

1) 首先采用复合萃取剂第一次萃取精馏分离异丙醇、叔丁醇和水的混合溶液,所述的复合萃取剂为 10 ~ 15wt%氯化钙的乙二醇溶液,原料混合溶液经过第一萃取精馏塔分离后,第一萃取精馏塔顶得到 98.0wt%以上的异丙醇和叔丁醇混合液,第一萃取精馏塔底得到含水的复合萃取剂;

2) 第一萃取精馏塔底所得到的含水复合萃取剂经第一溶剂再生塔精馏处理,第一溶剂再生塔塔底得到复合萃取剂返回至第一萃取精馏塔循环使用,第一溶剂再生塔塔顶得到的水送至污水处理装置;

3) 第一萃取精馏塔塔顶得到的 98.0wt%以上叔丁醇和异丙醇混合液送至第二萃取精馏塔分离,采用的萃取剂为 10 ~ 15wt%丙二醇的环丁砜溶液,叔丁醇和异丙醇混合液经过第二萃取精馏塔萃取精馏后,第二萃取精馏塔塔顶得到 96.0% wt 以上的异丙醇,第二萃取精馏塔塔底采出含叔丁醇的萃取剂;

4) 第二萃取精馏塔塔底采出的含叔丁醇的萃取剂经第二溶剂再生塔精馏处理,第二溶剂再生塔塔底得到萃取剂,返回至第二萃取精馏塔循环使用,第二溶剂再生塔塔顶得到 96.0wt%以上的叔丁醇。

2. 根据权利要求 1 所述的分离叔丁醇、异丙醇和水的混合溶液的方法,其特征在于,所述的异丙醇、叔丁醇和水的混合溶液的组成为,以质量百分比计,异丙醇、叔丁醇和水分别为 58 ~ 62%、28 ~ 32%和 6 ~ 12%。

3. 根据权利要求 1 所述的分离叔丁醇、异丙醇和水的混合溶液的方法,其特征在于,所述的方法中,第一萃取精馏塔塔顶温度(°C)为 82.3 ~ 82.7°C,塔底温度(°C)为 105.4 ~ 110.2°C,回流比为 2 ~ 3:1。

4. 根据权利要求 1 所述的分离叔丁醇、异丙醇和水的混合溶液的方法,其特征在于,所述的方法中,第二萃取精馏塔塔顶温度(°C)为 82.4 ~ 83.1°C,塔底温度(°C)为 107.8 ~ 110.9°C,回流比为 2 ~ 3:1。

5. 根据权利要求 1 所述的分离叔丁醇、异丙醇和水的混合溶液的方法,其特征在于,所述的方法中,第一溶剂再生塔塔顶温度(°C)为 79.5 ~ 83.4°C,塔底温度(°C)为 142.7 ~ 146.6°C,回流比为 2 ~ 3:1。

6. 根据权利要求 1 所述的分离叔丁醇、异丙醇和水的混合溶液的方法,其特征在于,所述的方法中,第二溶剂再生塔塔顶温度(°C)为 82.4 ~ 83.2°C,塔底温度(°C)为 144.2 ~ 146.8°C,回流比为 2 ~ 3:1。

双萃取精馏塔结合分离异丙醇、叔丁醇及水混合溶液的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种异丙醇与叔丁醇水溶液循环利用的方法,具体涉及一种双萃取精馏塔结合分离异丙醇、叔丁醇及水混合溶液的方法。

背景技术

[0002] 异丙醇和叔丁醇是农药、染料、医药及香料的重要原料和溶剂。异丙醇主要用于制药、化妆品、塑料、香料、涂料及电子工业上用作脱水剂,以及农药中间体制备的原料和溶剂;此外,还作为电路板和电子设备制造业的清洗剂等,具有广泛的用途。叔丁醇作为原料,可用作内燃机燃料添加剂(防止化油器结冰)及抗爆剂;作为有机合成的中间体及生产叔丁基化合物的烷基化原料,可生产甲基丙烯酸甲酯、叔丁基苯酚、叔丁胺等,用于合成药物、香料;叔丁醇脱水可制取纯度 99.0 ~ 99.9% 的异丁烯;用作工业用洗涤剂的溶剂、药品萃取剂、杀虫剂、蜡用溶剂、纤维素酯、塑料和油漆的溶剂,还用于制造变性酒精、香料、果子精、异丁烯等。

[0003] 在化工、医药及农药中间体生产中,广泛采用异丙醇和叔丁醇作为溶剂或原料,生产过程中会产生一定量的异丙醇、叔丁醇和水的混合溶液,对于异丙醇与水、叔丁醇与水的分离,国内外已见采用加盐蒸馏、萃取及吸附等方法进行分离,但对于异丙醇、叔丁醇和水三组分构成的混合液分离,分别得到高纯度的异丙醇和叔丁醇,并进行循环利用的方法尚未见报道。

发明内容

[0004] 本发明将提供一种双萃取精馏塔结合分离叔丁醇、异丙醇和水的方法,该方法工艺步骤简单,

[0005] 为实现上述发明目的,本发明采用如下技术方案:

[0006] 一种双萃取精馏塔结合分离叔丁醇、异丙醇和水的混合溶液的方法,其特征在于,所述的方法包括如下步骤:

[0007] 1) 首先采用复合萃取剂第一次萃取精馏分离异丙醇、叔丁醇和水的混合溶液,所述的复合萃取剂为 10 ~ 15wt% 氯化钙的乙二醇溶液,原料混合溶液经过第一萃取精馏塔分离后,第一萃取精馏塔顶得到 98.0wt% 以上的异丙醇和叔丁醇混合液,第一萃取精馏塔底得到含水的复合萃取剂;

[0008] 2) 第一萃取精馏塔底所得到的含水复合萃取剂经第一溶剂再生塔精馏处理,第一溶剂再生塔塔底得到复合萃取剂返回至第一萃取精馏塔循环使用,第一溶剂再生塔塔顶得到的水送至污水处理装置;

[0009] 3) 第一萃取精馏塔塔顶得到的 98.0wt% 以上叔丁醇和异丙醇混合液送至第二萃取精馏塔分离,采用的萃取剂为 10 ~ 15wt% 丙二醇的环丁砜溶液,叔丁醇和异丙醇混合液经过第二萃取精馏塔萃取精馏后,第二萃取精馏塔塔顶得到 96.0% wt 以上的异丙醇,第二

萃取精馏塔塔底采出含叔丁醇的萃取剂；

[0010] 4) 第二萃取精馏塔塔底采出的含叔丁醇的萃取剂经第二溶剂再生塔精馏处理，第二溶剂再生塔塔底得到萃取剂，返回至第二萃取精馏塔循环使用，第二溶剂再生塔塔顶得到 96.0wt% 以上的叔丁醇。

[0011] 本发明的萃取分离工艺仅需二次萃取精馏，分离工艺简单，分离得到的异丙醇和叔丁醇含量均达 96.0wt% 以上，一次收率均达 94.0% 以上。

[0012] 所述的方法中，原料异丙醇、叔丁醇和水的混合溶液其通常的组成为，以质量百分比计，异丙醇、叔丁醇和水分别为 58 ~ 62%、28 ~ 32% 和 6 ~ 12%。

[0013] 所述的方法中，第一萃取精馏塔塔顶温度 (°C) 为 82.3 ~ 82.7°C，塔底温度 (°C) 为 105.4 ~ 110.2°C，回流比为 2 ~ 3:1。

[0014] 所述的方法中，第二萃取精馏塔塔顶温度 (°C) 为 82.4 ~ 83.1°C，塔底温度 (°C) 为 107.8 ~ 110.9°C，回流比为 2 ~ 3:1。

[0015] 所述的方法中，第一溶剂再生塔塔顶温度 (°C) 为 79.5 ~ 83.4°C，塔底温度 (°C) 为 142.7 ~ 146.6°C，回流比为 2 ~ 3:1。

[0016] 所述的方法中，第二溶剂再生塔塔顶温度 (°C) 为 82.4 ~ 83.2°C，塔底温度 (°C) 为 144.2 ~ 146.8°C，回流比为 2 ~ 3:1。

[0017] 推荐地，所述的方法中，

[0018] 第一萃取精馏塔的理论板数为 50，原料进料位置为第 45 板，萃取剂进料位置为第 5 板；

[0019] 第二萃取精馏塔的理论板数为 65，原料进料位置为第 52 板，萃取剂进料位置为第 10 板；

[0020] 第一溶剂再生塔理论板数为 25，原料进料位置为第 11 板；

[0021] 第二溶剂再生塔理论板数为 22，原料进料位置为第 10 板。

[0022] 有益效果：本发明的萃取精馏塔结合分离叔丁醇、异丙醇和水的工艺，步骤简单，首先采用复合萃取剂萃取精馏分离异丙醇、叔丁醇和水的混合溶液，塔顶得到 98.0% 以上的异丙醇和叔丁醇混合液，塔底为含水的复合萃取剂，经再生塔处理复合溶剂循环使用；第一萃取精馏塔塔顶得到的叔丁醇和异丙醇混合液经第二萃取精馏塔分离，第二萃取精馏塔塔顶可得到 96.0% 以上的异丙醇，塔底为含叔丁醇混合液的萃取剂，经第二溶剂再生塔处理，塔顶得到 96.0% 以上的叔丁醇，塔底得到萃取剂循环使用。本发明的萃取分离工艺仅需二次萃取精馏，分离工艺简单，异丙醇和叔丁醇含量均达 96.0% 以上，一次收率均达 94.0% 以上。

[0023] 下面结合具体实施例对本发明进行详细描述。本发明的保护范围并不以具体实施方式为限，而是由权利要求加以限定。

附图说明

[0024] 图 1 为双萃取精馏结合分离叔丁醇、异丙醇和水混合溶液的工艺流程图；

[0025] 图 2 为萃取精馏塔的实验装置图。

具体实施方式

[0026] 下面通过具体实施例对本发明所述的技术方案给予进一步详细的说明,但有必要指出以下实施例只用于对发明内容的描述,并不构成对本发明保护范围的限制。

[0027] 本发明的双萃取精馏结合分离叔丁醇、异丙醇和水混合溶液的工艺流程图如图 1, 萃取精馏塔的实验装置参照图 2, 其中 1 为第一萃取精馏塔, 2 为第一溶剂再生塔, 3 为第二萃取精馏塔, 4 为第二溶剂再生塔, 5、6、7、8 为冷凝器, 9、10、11、12 为再沸器, 13 为原料罐, 14 为原料泵, 15 为玻璃转子流量计, 16 为塔釜取样器, 17 为电热套, 18 为塔釜, 19 为塔釜温度计, 20 为溶剂贮槽, 21 为泵, 22 为玻璃转子流量计, 23 为玻璃纤维棉及夹套, 24 为填料, 25 为塔顶取样器, 26 为回流口, 27 为塔顶温度计, 28 为电磁棒, 29 为冷凝器。

[0028] 采用某制药公司提供的叔丁醇、异丙醇和水的混合溶液为原料, 经 HP 色谱仪分析, 组成见表 2 所示, 如非特别说明, 以下描述中涉及物料组成及表 2、表 3 中组成均为质量含量。原料叔丁醇、异丙醇和水的混合液加入第一萃取精馏塔 1, 同时加入复合萃取剂 (10 ~ 15% 氯化钙的乙二醇溶液), 混合液经过第一次萃取精馏分离后, 第一萃取精馏塔 1 塔顶可得到 98.0% 以上的异丙醇和叔丁醇混合液, 塔底为含水的复合萃取剂, 经第一溶剂再生塔 2 处理, 第一溶剂再生塔 2 塔底得到复合萃取剂循环使用, 第一溶剂再生塔 2 塔顶得到水送至污水池; 以第一次萃取精馏得到的 98.0% 以上叔丁醇和异丙醇混合液为原料, 进入第二萃取精馏塔 3 分离, 同时加入萃取剂 (10 ~ 15% 丙二醇的环丁砜溶液), 经二次萃取精馏分离, 第二萃取精馏塔 3 塔顶可得到 96.0% 以上的异丙醇, 塔底为含叔丁醇混合液的萃取剂, 经第二溶剂再生塔 4 处理, 第二溶剂再生塔 4 塔底得到萃取剂循环使用, 第二溶剂再生塔 4 塔顶得到 96.0% 以上的叔丁醇。

[0029] 实验在常压下进行, 萃取精馏塔塔内径为 22mm, 内装 $\phi 3*30$ 型不锈钢填料, 经用标准体系测定, 该填料等板高度 HETP = 27mm。塔釜用电热套加热, 塔顶产品出料及原料、溶剂、进料均用玻璃转子流量计计量, 塔顶回流用电磁棒调节, 塔釜用真空泵抽出, 塔底流出液送至溶剂再生塔, 溶剂经再生塔处理后循环使用。

[0030] 具体地说, 本发明方法步骤如下:

[0031] 1) 原料异丙醇、叔丁醇和水的混合溶液①送至第一萃取精馏塔 1 分离, 同时加入复合萃取剂②, 混合溶液①经过第一萃取精馏塔 1 分离后, 第一萃取精馏塔 1 塔顶可一次得到 98.0% 以上的异丙醇和叔丁醇混合液③, 第一萃取精馏塔 1 塔底为含水的复合萃取剂④;

[0032] 2) 第一次萃取精馏分离得到的含水的复合萃取剂④经第一溶剂再生塔 2 处理, 第一溶剂再生塔 2 塔底得到复合萃取剂②循环使用, 第一溶剂再生塔 2 塔顶水⑤送至污水池;

[0033] 3) 第一萃取精馏塔 1 塔顶得到的 98.0% 以上叔丁醇和异丙醇混合液③送至第二萃取精馏塔 3 分离, 同时加入萃取剂⑦, 叔丁醇和异丙醇混合液③经过第二萃取精馏塔 3 分离后, 第二萃取精馏塔 3 塔顶可得到 96.0% 以上的异丙醇⑥, 第二萃取精馏塔 3 塔底为含叔丁醇混合液的萃取剂⑧;

[0034] 4) 第一次萃取精馏分离得到的含叔丁醇混合液的萃取剂⑧经第二溶剂再生塔 4 处理, 第二溶剂再生塔 4 塔底得到萃取剂⑦循环使用, 第二溶剂再生塔 4 塔顶得到 96.0% 以上的叔丁醇⑨。

[0035] 上述分离过程的工艺条件: 分离过程中各塔温度控制、回流比、进料位置及塔板数

见表 1 所示,分离结果见表 2 和表 3 所示。

[0036] 表 1 萃取精馏分离过程工艺条件

[0037]

| 参数 \ 工艺 | 第一萃取精 馏塔 1 | 第一溶剂再 生塔 2 | 第二萃取精馏 塔 3 | 第二溶剂再生 塔 4 |
|-----------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| 塔顶温度 (°C) | 82.3 ~ 82.7 | 79.5 ~ 83.4 | 82.4 ~ 83.1 | 82.4 ~ 83.2 |
| 塔底温度 (°C) | 105.4 ~ 110.2 | 142.7 ~ 146.6 | 107.8 ~ 110.9 | 144.2 ~ 146.8 |
| 回流比 | 2 ~ 3 | 0.5 ~ 1 | 2 ~ 3 | 0.5 ~ 1 |
| 理论板数 | 50 | 25 | 65 | 22 |
| 原料进料位置 | 45 | 11 | 52 | 10 |
| 萃取剂进料位置 | 5 | / | 10 | / |

[0038] 表 2 双萃取精馏塔结合分离叔丁醇 - 异丙醇 - 水混合溶液分离结果

[0039]

| 装置 | 馏分 | 流量 (Kg/h) | 组成 (wt%) | |
|--------------|--------|--------------|-------------|--------|
| | | | | |
| 第一萃取精馏塔 1 | 原料① | 50 | 叔丁醇 | 0.5987 |
| | | | 异丙醇 | 0.3012 |
| | | | 水 | 0.1001 |
| | | | 复合萃取剂 | 0.0000 |
| | 复合萃取剂② | 100 | 叔丁醇 | 0.0000 |
| | | | 异丙醇 | 0.0000 |
| | | | 水 | 0.0000 |
| | | | 复合萃取剂 | 1.0000 |
| | 顶③ | 45.5 | 叔丁醇 | 0.6579 |
| | | | 异丙醇 | 0.3310 |
| | | | 水 | 0.0111 |
| | | | 复合萃取剂 | 0.0000 |
| | 底④ | 104.5 | 叔丁醇 | 0.0000 |
| | | | 异丙醇 | 0.0000 |
| | | | 水 | 0.0431 |

[0040]

| | | | | |
|--------------|----|-----|-------|--------|
| | | | 复合萃取剂 | 0.9569 |
| 第一溶剂再生塔 2 | 顶⑤ | 4.5 | 叔丁醇 | 0.0000 |
| | | | 异丙醇 | 0.0000 |
| | | | 水 | 1.0000 |
| | | | 复合萃取剂 | 0.0000 |

[0041] 表 3 双萃取精馏塔结合分离叔丁醇 - 异丙醇 - 水混合溶液分离结果 (续)

[0042]

| 装置 | 馏分 | 流量 (Kg/h) | 组成 (wt%) | |
|-----------|------|--------------|-------------|--------|
| | | | | |
| 第二萃取精馏塔 3 | 原料③ | 45.5 | 叔丁醇 | 0.6579 |
| | | | 异丙醇 | 0.3310 |
| | | | 水 | 0.0111 |
| | | | 萃取剂 | 0.0000 |
| | 萃取剂⑦ | 91 | 叔丁醇 | 0.0000 |
| | | | 异丙醇 | 0.0000 |
| | | | 水 | 0.0000 |
| | | | 萃取剂 | 1.0000 |
| | 顶⑥ | 14.8 | 叔丁醇 | 0.0231 |
| | | | 异丙醇 | 0.9652 |
| | | | 水 | 0.0117 |
| | | | 萃取剂 | 0.0000 |
| | 底⑧ | 121.7 | 叔丁醇 | 0.2432 |
| | | | 异丙醇 | 0.0064 |
| | | | 水 | 0.0027 |
| | | | 萃取剂 | 0.7477 |
| 第二溶剂再生塔 4 | 顶⑨ | 30.7 | 叔丁醇 | 0.9641 |
| | | | 异丙醇 | 0.0253 |
| | | | 水 | 0.0107 |
| | | | 萃取剂 | 0.0000 |

[0043] 分离结果如表 2 和表 3 所示,该萃取分离工艺仅需二次萃取精馏,回流比为 2 ~ 3:1 左右,分离工艺简单,异丙醇和叔丁醇含量均达 96.0% 以上,一次收率均达 94.0% 以上。

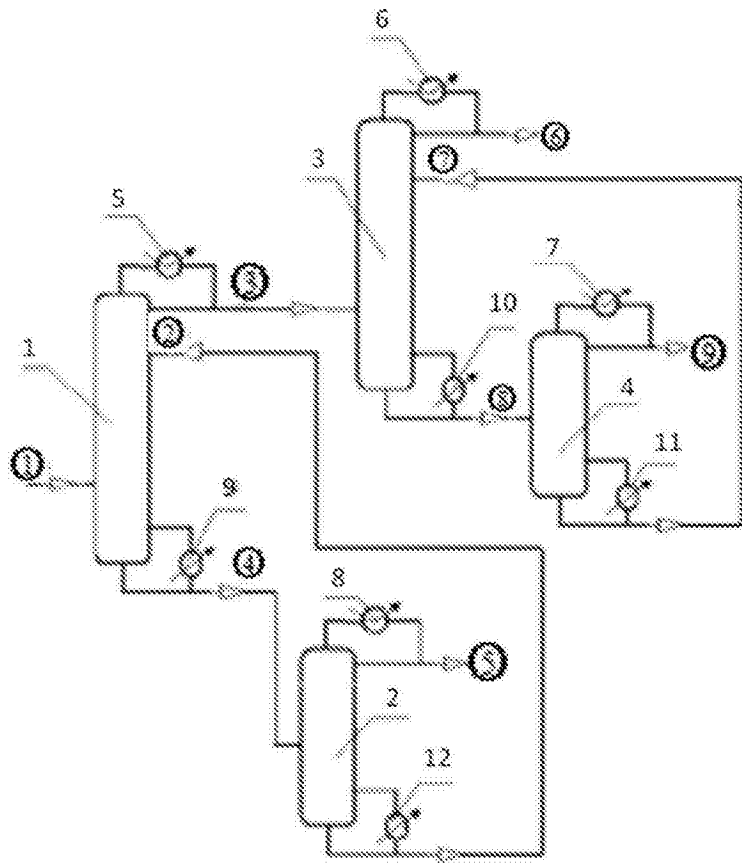


图 1

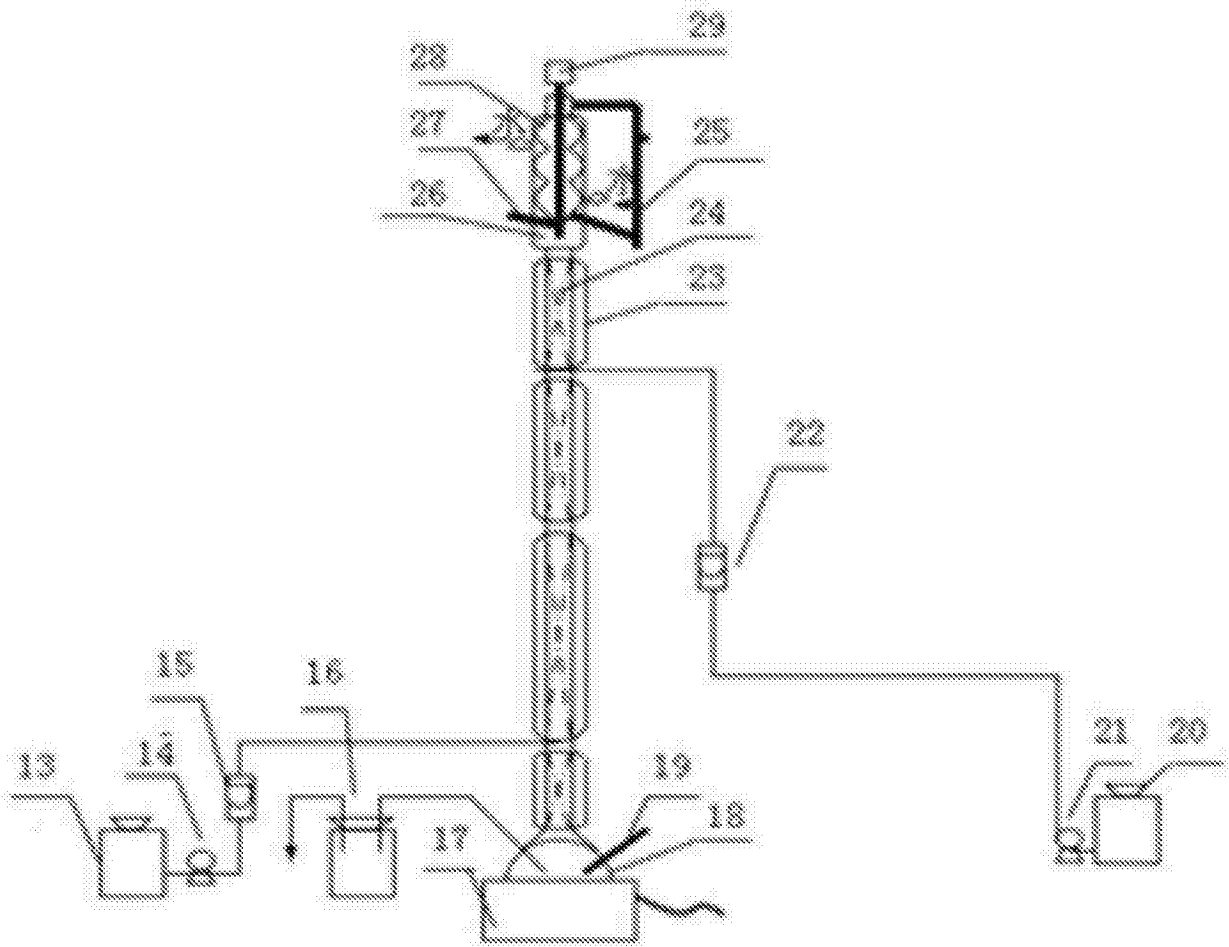


图 2