



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106866396 B

(45)授权公告日 2020.09.22

(21)申请号 201710140968.8

C07C 45/83(2006.01)

(22)申请日 2015.10.28

C07C 49/213(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

C07C 29/74(2006.01)

申请公布号 CN 106866396 A

C07C 29/84(2006.01)

C07C 33/22(2006.01)

(43)申请公布日 2017.06.20

(62)分案原申请数据

201510713615.3 2015.10.28

(56)对比文件

CN 104447267 A, 2915.03.25

CN 103288617 A, 2013.09.11

(73)专利权人 江西科苑生物药业有限公司

地址 332700 江西省九江市彭泽县矾山工业园

章锋.“萃取精馏分离苯乙酮/ α -苯乙醇的研究”.《中国优秀硕士学位论文全文数据库 工程科技I辑》.2014,(第7期),

章锋等.“萃取精馏分离苯乙酮与 α -苯乙醇的模拟研究”.《化学工程》.2013,第14卷(第4期),

(72)发明人 王勤波 熊振华 陈楚雄

审查员 富佳玉

(74)专利代理机构 宁波奥圣专利代理事务所

(普通合伙) 33226

代理人 程晓明

(51)Int.Cl.

C07C 45/78(2006.01)

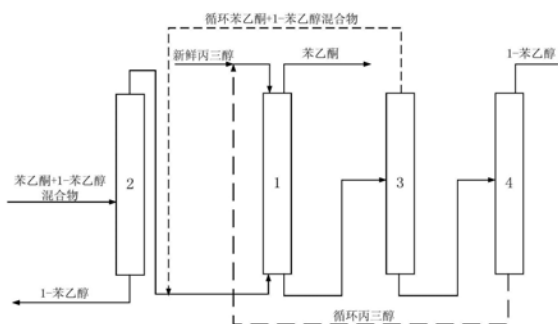
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54)发明名称

一种苯乙酮和1-苯乙醇的分离方法

(57)摘要

本发明公开了一种苯乙酮和1-苯乙醇的分离方法,根据苯乙酮和1-苯乙醇在丙三醇中的溶解度和相对挥发度不同,利用萃取和精馏的耦合操作实现两者的分离。本发明具有工艺简单、分离效果好、节能环保、适合工业规模化连续操作等优点。



1. 一种苯乙酮和1-苯乙醇的分离方法,其特征在于根据苯乙酮和1-苯乙醇在丙三醇中的溶解度和相对挥发度不同,利用萃取和精馏的耦合操作实现两者的分离,具体包括以下步骤:

(1) 将苯乙酮的质量百分浓度为3%~95%的苯乙酮与1-苯乙醇混合物打入第一精馏塔中精馏,塔顶得到苯乙酮质量百分浓度不低于40%的苯乙酮和1-苯乙醇的混合物,塔底得到1-苯乙醇产品,第一精馏塔操作压力为0.001~0.1MPa,操作温度为体系的沸点;

(2) 将步骤(1)得到的塔顶混合物打入萃取塔底部,与丙三醇在萃取塔中逆流接触进行萃取,萃取塔顶部得到产品苯乙酮,塔底得到苯乙酮、1-苯乙醇和丙三醇的混合物,萃取塔操作温度为20~90℃、压力为0.05~1MPa,进入萃取塔底部的混合物与丙三醇的摩尔流量比为1:0.6~10;

(3) 将步骤(2)得到的苯乙酮、1-苯乙醇和丙三醇的混合物打入第二精馏塔中精馏,塔顶得到苯乙酮质量百分浓度不低于40%的苯乙酮和1-苯乙醇的混合物,塔底得到1-苯乙醇和丙三醇的混合物,第二精馏塔操作压力为0.001~0.1MPa,操作温度为体系的沸点;

(4) 将步骤(3)得到的1-苯乙醇和丙三醇的混合物打入第三精馏塔中精馏,塔顶得到1-苯乙醇产品,塔底得到丙三醇,第三精馏塔操作压力为0.001~0.1MPa,操作温度为体系的沸点。

2. 根据权利要求1所述的苯乙酮和1-苯乙醇的分离方法,其特征在于将步骤(3)得到的苯乙酮和1-苯乙醇的混合物作为萃取塔的底部加料循环利用。

3. 根据权利要求1所述的苯乙酮和1-苯乙醇的分离方法,其特征在于将步骤(4)得到的丙三醇作为萃取塔的塔顶加料循环利用。

一种苯乙酮和1-苯乙醇的分离方法

[0001] 本申请是申请号为201510713615.3发明专利申请的分案申请。

技术领域

[0002] 本发明属于精细化工领域,具体涉及一种苯乙酮和1-苯乙醇的分离方法。

背景技术

[0003] 苯乙酮是一种重要的有机化工原料,有山楂的气味,可作为溶剂、香料、增塑剂及化工中间体而广泛应用于香皂、香烟、香料、医药、树脂等方面,熔点19.6℃,沸点202℃,密度1.027。1-苯乙醇也是一种重要的有机化工原料,具有柔和、愉快而持久的玫瑰香气,是香料用芳香化合物中较为重要和应用广泛的一种食用香料,广泛用于各种食用香精和烟用香精中,熔点20℃,沸点203.6℃,密度1.013。

[0004] 工业上生产苯乙酮的方法有异丙苯氧化副产法和乙苯氧化法。对异丙苯氧化副产法,其副产物中含有大量的苯乙酮与1-苯乙醇。对乙苯氧化法,其氧化产物主要为苯乙酮和1-苯乙醇。因此,苯乙酮和1-苯乙醇的分离是工业上制苯乙酮或1-苯乙醇不可避免的操作。由于苯乙酮与1-苯乙醇具有非常相似的物理性质,常压下二者的熔点相差0.4℃、沸点相差1.6℃、密度相差0.014,采用普通的精馏、结晶、沉降等方法很难分离。目前对苯乙酮与1-苯乙醇的分离一般通过精馏过程解决,由于非常相近的沸点,往往需要数量庞大的塔板数或采用特殊精馏方法才能实现二者的分离。CN102627544A提出了一种利用环糊精对苯乙酮和1-苯乙醇不同的包结能力而将两者实现分离的方法,该法虽然具有分离条件温和、分离效果好,分离介质可重复使用等优点,但操作周期长(通常在12小时以上),分离得到的产品纯度大多数情况下较低,而且操作复杂,不适合工业化生产。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于克服现有技术的不足,提供一种工艺简单、分离效果好、节能环保、适合工业化连续操作的苯乙酮和1-苯乙醇的分离方法。

[0006] 本发明解决上述技术问题采用的技术方案为:一种苯乙酮和1-苯乙醇的分离方法,根据苯乙酮和1-苯乙醇在丙三醇中的溶解度和相对挥发度不同,利用萃取和精馏的耦合操作实现两者的分离,具体包括以下步骤:

[0007] (1) 将苯乙酮的质量百分浓度为3%~95%的苯乙酮与1-苯乙醇混合物打入第一精馏塔中精馏,塔顶得到苯乙酮质量百分浓度不低于40%的苯乙酮和1-苯乙醇的混合物,塔底得到1-苯乙醇产品,第一精馏塔操作压力为0.001~0.1MPa,操作温度为体系的沸点;

[0008] (2) 将步骤(1)得到的塔顶混合物打入萃取塔底部,与丙三醇在萃取塔中逆流接触进行萃取,萃取塔顶部得到产品苯乙酮,塔底得到苯乙酮、1-苯乙醇和丙三醇的混合物,萃取塔操作温度为20~90℃、压力为0.05~1MPa,进入萃取塔底部的混合物与丙三醇的摩尔流量比为1:0.6~10;

[0009] (3) 将步骤(2)得到的苯乙酮、1-苯乙醇和丙三醇的混合物打入第二精馏塔中精

馏,塔顶得到苯乙酮质量百分浓度不低于40%的苯乙酮和1-苯乙醇的混合物,塔底得到1-苯乙醇和丙三醇的混合物,第二精馏塔操作压力为0.001~0.1MPa,操作温度为体系的沸点;

[0010] (4)将步骤(3)得到的1-苯乙醇和丙三醇的混合物打入第三精馏塔中精馏,塔顶得到1-苯乙醇产品,塔底得到丙三醇,第三精馏塔操作压力为0.001~0.1MPa,操作温度为体系的沸点。

[0011] 作为本方案的优选实施方式,可将步骤(3)得到的苯乙酮和1-苯乙醇的混合物作为萃取塔的底部加料循环利用。

[0012] 作为本方案的优选实施方式,可将步骤(4)得到的丙三醇作为萃取塔的塔顶加料循环利用。

[0013] 本发明的基本思路为:

[0014] (a)利用丙三醇与苯乙酮相互微溶、丙三醇与1-苯乙醇互溶的特殊物理性质,采取萃取操作,即可将大部分苯乙酮与1-苯乙醇实现分离。

[0015] (b)分离后的混合物中虽然混有苯乙酮、1-苯乙醇和丙三醇三个组分,但由于丙三醇的存在,苯乙酮和1-苯乙醇的相对挥发度差异变大,只需采用简单精馏,即可将苯乙酮从混合物中分离出来,塔顶得到苯乙酮和1-苯乙醇的混合物,塔底得到1-苯乙醇和丙三醇的混合物。塔顶得到的苯乙酮和1-苯乙醇的混合物可直接循环回萃取塔中进一步利用萃取操作分离回收苯乙酮。

[0016] (c)得到的1-苯乙醇和丙三醇的沸点差异巨大,经简单的精馏即可回收产品1-苯乙醇,塔底的高沸点的丙三醇可直接循环回萃取塔中进一步重复利用。

[0017] 与现有技术相比,本发明的优点为:

[0018] 1、工艺简单,分离条件温和,工艺采用连续式操作,简单稳定,分离设备仅为常规的精馏塔和萃取塔,操作条件温和;

[0019] 2、三废少,节能环保,新加入的第三组分丙三醇化学性质稳定,不与待分离组分苯乙酮或1-苯乙醇发生化学反应,也不易发生自身聚合等副反应,可重复使用;

[0020] 3、分离效果好,产品回收率高,最终分离得到的苯乙酮产品的纯度在98.0%以上,回收率在99.9%以上;1-苯乙醇产品的回收率在99.5%以上,纯度在99.0%以上。

附图说明

[0021] 图1是实施例1~4的工艺流程图。

[0022] 1为萃取塔,2为第一精馏塔,3为第二精馏塔,4为第三精馏塔。

具体实施方式

[0023] 以下结合实施例和附图对本发明作进一步详细说明,但本发明并不限于所述的实施例。

[0024] 实施例中的萃取塔为一内径为200mm,高4000mm的振动筛板萃取塔。精馏塔均为直径400mm,高8000m的搪瓷精馏塔。

[0025] 实施例1

[0026] 一种苯乙酮和1-苯乙醇的分离方法,如图1所示,包括以下步骤:

[0027] (1) 将苯乙酮的质量百分浓度为28%的苯乙酮与1-苯乙醇混合物打入第一精馏塔2中初精馏,塔顶得到苯乙酮质量百分浓度为52%的苯乙酮和1-苯乙醇的混合物,塔底得到1-苯乙醇产品(取样分析,纯度为99.4%),第一精馏塔2操作压力为0.1MPa,塔顶和塔底的温度均为体系的沸点;

[0028] (2) 将步骤(1)得到的塔顶混合物打入萃取塔1底部,与从萃取塔1顶部加入的萃取剂丙三醇在萃取塔1中逆流接触进行萃取,萃取塔1顶部得到产品苯乙酮(取样分析,纯度为98.2%),塔底得到苯乙酮、1-苯乙醇和丙三醇的混合物,萃取塔1的操作温度为44℃、压力为0.4MPa,进入萃取塔顶部的丙三醇与进入萃取塔底部的混合物的摩尔流量比为1:1;

[0029] (3) 将步骤(2)得到的苯乙酮、1-苯乙醇和丙三醇的混合物打入第二精馏塔3中精馏,塔顶得到苯乙酮和1-苯乙醇的混合物,苯乙酮的质量百分浓度为62%,将其作为萃取塔1的底部加料循环利用,第二精馏塔3塔底得到苯乙醇和丙三醇的混合物,第二精馏塔3操作压力为0.05MPa,塔顶和塔底的温度均为体系的沸点;

[0030] (4) 将步骤(3)得到苯乙醇和丙三醇的混合物打入第三精馏塔4中精馏,塔顶得到1-苯乙醇产品(取样分析,纯度为99.4%),塔底得到萃取剂丙三醇,将萃取剂丙三醇作为萃取塔的塔顶加料循环利用,第三精馏塔4操作压力为0.02MPa,塔顶和塔底的温度均为体系的沸点。

[0031] 实施效果:1-苯乙醇回收率99.65%,苯乙酮回收率99.95%。

[0032] 实施例2

[0033] 一种苯乙酮和1-苯乙醇的分离方法,如图1所示,包括以下步骤:

[0034] (1) 将苯乙酮的质量百分浓度为3%的苯乙酮与1-苯乙醇混合物打入第一精馏塔2中初精馏,塔顶得到苯乙酮质量百分浓度为41%的苯乙酮和1-苯乙醇的混合物,塔底得到1-苯乙醇产品(取样分析,纯度为99.2%),第一精馏塔2操作压力为0.02MPa,塔顶和塔底的温度均为体系的沸点;

[0035] (2) 将步骤(1)得到的塔顶混合物打入萃取塔1底部,与从萃取塔1顶部加入的萃取剂丙三醇在萃取塔1中逆流接触进行萃取,萃取塔1顶部得到产品苯乙酮(取样分析,纯度为98.1%),塔底得到苯乙酮、1-苯乙醇和丙三醇的混合物,萃取塔1的操作温度为20℃、压力为1.0MPa,进入萃取塔顶部的丙三醇与进入萃取塔底部的混合物的摩尔流量比为0.6:1;

[0036] (3) 将步骤(2)得到的苯乙酮、1-苯乙醇和丙三醇的混合物打入第二精馏塔3中精馏,塔顶得到苯乙酮和1-苯乙醇的混合物,苯乙酮的质量百分浓度为48%,将其作为萃取塔1的底部加料循环利用,第二精馏塔3塔底得到苯乙醇和丙三醇的混合物,第二精馏塔3操作压力为0.1MPa,塔顶和塔底的温度均为体系的沸点;

[0037] (4) 将步骤(3)得到苯乙醇和丙三醇的混合物打入第三精馏塔4中精馏,塔顶得到1-苯乙醇产品(取样分析,纯度为99.2%),塔底得到萃取剂丙三醇,将萃取剂丙三醇作为萃取塔的塔顶加料循环利用,第三精馏塔4操作压力为0.1MPa,塔顶和塔底的温度均为体系的沸点。

[0038] 实施效果:1-苯乙醇回收率99.91%,苯乙酮回收率99.92%。

[0039] 实施例3

[0040] 一种苯乙酮和1-苯乙醇的分离方法,如图1所示,包括以下步骤:

[0041] (1) 将苯乙酮的质量百分浓度为95%的苯乙酮与1-苯乙醇混合物打入第一精馏塔

2中初精馏,塔顶得到苯乙酮质量百分浓度为96.2%的苯乙酮和1-苯乙醇的混合物,塔底得到1-苯乙醇产品(取样分析,纯度为99.7%),第一精馏塔2操作压力为0.001MPa,塔顶和塔底的温度均为体系的沸点;

[0042] (2) 将步骤(1)得到的塔顶混合物打入萃取塔1底部,与从萃取塔1顶部加入的萃取剂丙三醇在萃取塔1中逆流接触进行萃取,萃取塔1顶部得到产品苯乙酮(取样分析,纯度为98.6%),塔底得到苯乙酮、1-苯乙醇和丙三醇的混合物,萃取塔1的操作温度为90℃、压力为0.1MPa,进入萃取塔顶部的丙三醇与进入萃取塔底部的混合物的摩尔流量比为10:1;

[0043] (3) 将步骤(2)得到的苯乙酮、1-苯乙醇和丙三醇的混合物打入第二精馏塔3中精馏,塔顶得到苯乙酮和1-苯乙醇的混合物,苯乙酮的质量百分浓度为97.8%,将其作为萃取塔1的底部加料循环利用,第二精馏塔3塔底得到苯乙醇和丙三醇的混合物,第二精馏塔3操作压力为0.001MPa,塔顶和塔底的温度均为体系的沸点;

[0044] (4) 将步骤(3)得到苯乙醇和丙三醇的混合物打入第三精馏塔4中精馏,塔顶得到1-苯乙醇产品(取样分析,纯度为99.1%),塔底得到萃取剂丙三醇,将萃取剂丙三醇作为萃取塔的塔顶加料循环利用,第三精馏塔4操作压力为0.001MPa,塔顶和塔底的温度均为体系的沸点。

[0045] 实施效果:1-苯乙醇回收率99.52%,苯乙酮回收率99.99%。

[0046] 实施例4

[0047] 一种苯乙酮和1-苯乙醇的分离方法,如图1所示,包括以下步骤:

[0048] (1) 将苯乙酮的质量百分浓度为56%的苯乙酮与1-苯乙醇混合物打入第一精馏塔2中初精馏,塔顶得到苯乙酮质量百分浓度为67%的苯乙酮和1-苯乙醇的混合物,塔底得到1-苯乙醇产品(取样分析,纯度为99.6%),第一精馏塔2操作压力为0.005MPa,塔顶和塔底的温度均为体系的沸点;

[0049] (2) 将步骤(1)得到的塔顶混合物打入萃取塔1底部,与从萃取塔1顶部加入的萃取剂丙三醇在萃取塔1中逆流接触进行萃取,萃取塔1顶部得到产品苯乙酮(取样分析,纯度为98.8%),塔底得到苯乙酮、1-苯乙醇和丙三醇的混合物,萃取塔1的操作温度为65℃、压力为0.05MPa,进入萃取塔顶部的丙三醇与进入萃取塔底部的混合物的摩尔流量比为3:1;

[0050] (3) 将步骤(2)得到的苯乙酮、1-苯乙醇和丙三醇的混合物打入第二精馏塔3中精馏,塔顶得到苯乙酮和1-苯乙醇的混合物,苯乙酮的质量百分浓度为78%,将其作为萃取塔1的底部加料循环利用,第二精馏塔3塔底得到苯乙醇和丙三醇的混合物,第二精馏塔3操作压力为0.004MPa,塔顶和塔底的温度均为体系的沸点;

[0051] (4) 将步骤(3)得到苯乙醇和丙三醇的混合物打入第三精馏塔4中精馏,塔顶得到1-苯乙醇产品(取样分析,纯度为99.5%),塔底得到萃取剂丙三醇,将萃取剂丙三醇作为萃取塔的塔顶加料循环利用,第三精馏塔4操作压力为0.003MPa,塔顶和塔底的温度均为体系的沸点。

[0052] 实施效果:1-苯乙醇回收率99.55%,苯乙酮回收率99.92%。

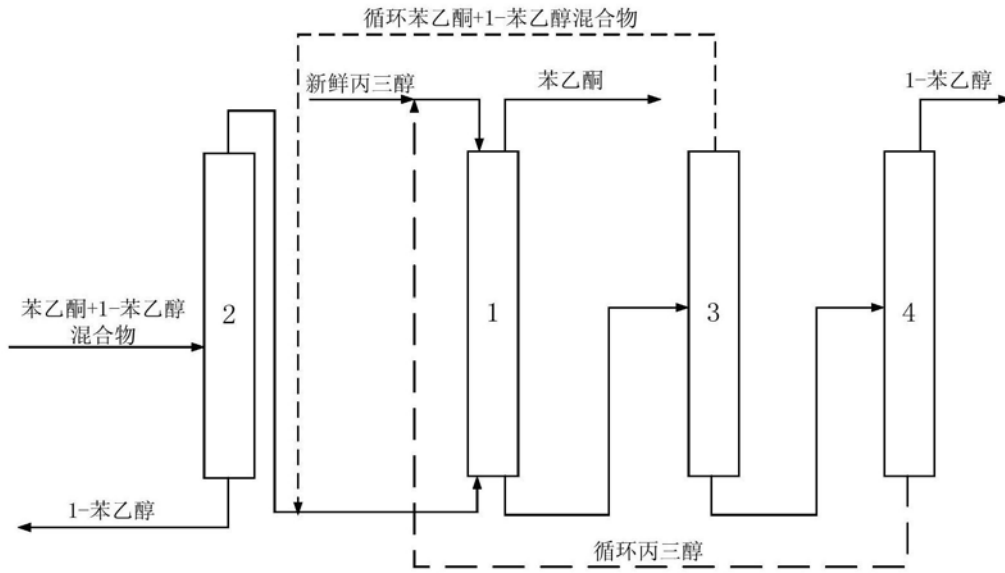


图1