

浅析己内酰胺的精制工艺改进策略

张金华

山西兰花科技创业股份有限公司新材料分公司 山西省晋城市 048000

摘要: 我国关于己内酰胺生产技术的研究, 对我们整个国家乃至世界化学工业的发展具有重要意义。化工生产己内酰胺的过程中不可避免受到多种杂质的影响。首先, 己内酰胺中苯胺、吩嗪、醇等还原性杂质影响高锰酸钾的稳定性, 并造成其内部吸收值的降低; 其次, 相关杂质的存在会严重降低产品质量, 从而牵动整个行业的发展, 因此, 改进精制工艺是己内酰胺生产工艺的关键要素, 同样也是决定己内酰胺质量的重要因素。本文通过分析己内酰胺的精制工艺过程, 对改进后的新精制工艺进行流程叙述, 对新旧精制工艺加以对比并相关研究方向进行展望。

关键词: 己内酰胺; 精制工艺; 策略

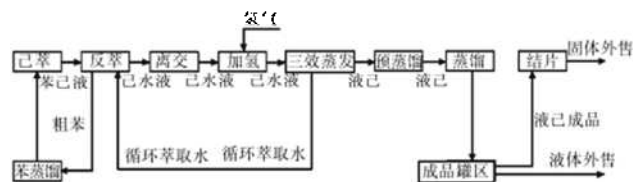
前言:

目前我国的己内酰胺的精制工艺过程中仍然存在诸多问题, 大多工艺路线较长, 流程的长短直接决定最终生产的己内酰胺质量, 其生产过程尚未改进, 造成生产的己内酰胺最终物质不够纯净。北京化工大学的瞿鑫早在2013年就湘潭大学的吴剑在2015年发表的专利中, 曾经采取水反萃的己内酰胺水溶液, 在实验中通过加氢的方法进行离子交换, 此专利还延长了离子交换树脂的使用周期。中石化对己内酰胺的精制工艺的再结晶法也被用于改进, 通过附加固定床吸附装置、碱清洗装置及其他方法, 大大减少了己内酰胺的混合物。国内目前己内酰胺的精制工艺主要是采用主要己内酰胺精制装置, 即将通过硫酸中提取出的粗酰胺油, 使用除杂、提浓等工艺方法, 以达到国际标准的较为纯净的己内酰胺指标要求。本文通过分析己内酰胺的旧精制工艺过程, 对改进后的新精制工艺进行流程叙述, 对新旧精制工艺加以对比并相关研究方向进行展望。

1. 己内酰胺旧精制工艺的基本过程

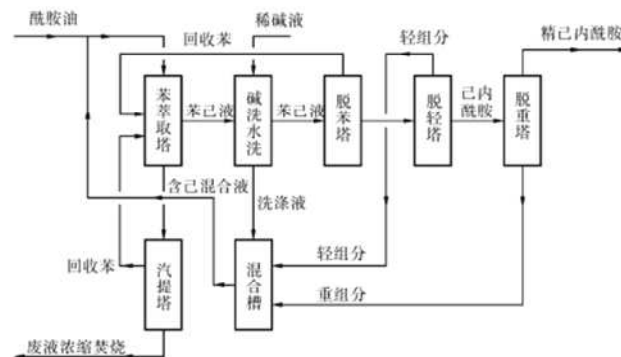
首先, 采用萃取的方法, 从粗酰胺油中得到苯己液, 苯己液经碱洗过程即苯己烷液经碱洗后用蒸发水再次萃取, 从而可以得到30%浓度的己水液, 接着30%浓度的己水液经过苯汽提塔中, 在汽提塔内过滤掉剩余的苯后, 此时30%浓度的己水液通过离子交换过程, 即多余的杂质在阴阳离子的不断反应作用下去除掉。随后进行加氢, 在催化过程中加入镍不断催化反应进度, 原先去除掉的不饱和杂质与氢气发生反应便可以生成饱和烃, 这种碳氢化合物的沸点明显高于己内酰胺, 通过加氢工序也大大弱化其酸性; 同时, 经过加氢过程的己烷液渗透三通蒸汽预蒸馏过程和预蒸馏后的己烷液混合, 其浓度不再是原先的30%, 而是提升至浓度为99%; 然

后, 99%浓度的己内酰胺进入脱轻塔, 去除塔中的轻组分, 然后去除蒸馏己内酰胺的重量, 不断调整其碱度和挥发碱含量, 己内酰胺中的杂质酸和酸和碱中和产生的盐通过蒸馏去除, 最后在塔顶处便可以得到纯净度较高的己内酰胺。



2. 己内酰胺的新精制工艺的基本过程

将含杂质的苯萃取得到苯己烷液, 经碱洗工艺进入苯己烷蒸馏塔。苯在蒸馏塔中蒸发。其己内酰胺中含有的杂质苯可通过蒸馏的方式去除, 利用精馏操作脱除己内酰胺内含的苯杂质, 从而得到高纯度的己内酰胺, 紧接着先经过脱水过程、然后, 在轻组分去除过程之后, 通过蒸馏己内酰胺并重复操作以去除杂质, 得到相对纯净的己内酰胺。



粗酰胺油水分离, 含水粗酰胺油到达苯萃取塔的上部, 并与从苯萃取塔上部流出的苯发生反应。己内酰胺在水中的苯溶剂中提取, 以去除大部分的硫和氮。然

后苯液经历碱洗过程,塔底含苯污水引入汽提塔进行彻底去除,所得的苯作为溶剂、氢氧化钠溶液和浓度为32%的脱硫水转移到稀碱溶液储罐中,按比例制备浓度为1%的氢氧化钠,进入碱洗塔上部,通过稀碱液泵与碱洗塔下部的苯已烷溶液接触反应。碱洗后的苯已烷溶液从碱洗塔上部进入苯已烷罐完成碱洗,碱洗塔下部的洗涤液进入混合罐。苯系物的制备方法,该方法包括将苯系物与硫氨工段的粗酰胺油混合,进入苯萃取塔回收己内酰胺,将苯已烷液进入苯塔,然后将苯系物与苯塔上部的蒸发水混合,得到苯系物。第二次经历冷却过程后,油和水发生分离,部分水相用作塔顶回流,部分进入混合罐,而含有水和有机杂质的混合物在塔底获得,脱苯塔的主要材料由脱苯塔的动力泵加压,送至脱苯塔上部。除轻组分中的杂质和水外,从塔顶提取的物质也并非完全纯净,含有少量杂质,来自脱重塔的材料进入进气系统,带液体和气体进入分离罐进行分离。含有己内酰胺的冷凝进料返回塔内进行重量去除,气相通过入口后进入混合罐脱轻塔的冷凝器尾部。冷凝液不会释放。含有杂质的己内酰胺从除锈塔的下部会产生重组分进入脱轻塔塔,因此,在脱轻塔的整体运行过程中,应注意控制塔的上部温度,避免温度过低导致塔内的己内酰胺结晶,增加己内酰胺含量,来自脱重塔的材料由来自脱重塔的圆筒泵压缩,进入脱重塔。塔顶部的气相通过冷凝,从己内酰胺中获得产品,其中一部分回流,另一部分用作产品回收。在塔的下部,取含有重成分的己内酰胺混合溶液,送至混合罐。脱苯塔上部的水相、脱水塔上部的凝析气相、脱重塔内的锅炉液体进入混合罐,苯由给料泵泵抽提萃取,以回收烃类杂质,从而通过苯的精制去除系统中的杂质。

3. 己内酰胺的新精制工艺优势及展望

己内酰胺精制新旧工艺的差别在于新工艺不再采用传统的水萃取、离子交换、水合、三效蒸发、预蒸馏等方法,新加入了碱洗流程及脱轻、脱重流程;新精制工艺精制时间短,装置投资少,总能耗低,无生化废水消耗,因此,新精制工艺在国内处于产品质量的领先水平,该工艺具有以下优点:(1)工艺流程相对先进,操作方法可实施;在操作过程中需要注意防止材料因高凝点而结晶堵塞管道;由于材料具有热敏性、易着色性和易

聚合性,因此新工艺缩短了装置中花费的时间,消除了热敏材料长时间聚合过程中产生的误差。(2)新工艺的操作灵活性很大;气液两相传质在较大的操作范围内得到保证。(3)显著降低了工艺能耗;根据物料性质,系统热量用于系统内物料之间的热交换,以降低能耗。(4)整个新工艺收率高;在保证产品纯度的同时,可以大大减少产品损失,从而显著提高产品产量。正是由于新精致工艺流程短、操作灵活、收益率高等优势,将损耗降到最低,达到效益最大化。

展望:近年来,尽管国内外对于己内酰胺工艺技术研究并不罕见,但是大多数研究要么是过于片面化,内容不够深层次;要么是没有结合实际生产应用情况,我国关于己内酰胺的研究有必要努力提升来带动国际化学共同发展。首先,有关部门对己内酰胺的生产情况引起重视,对现有工艺进行改进创新,完善生产技术过程,提高己内酰胺的质量。其次,由于目前关于己内酰胺的生产技术过程路线长,长时间的流通反应往往造成最终生产的己内酰胺不够纯净,因此,为了有效控制己内酰胺生产过程中杂质的产生,降低己内酰胺精制成本,有必要了解反应过程中杂质的形成机理。最后,我国目前己内酰胺生产状况仍然十分严峻,盈利空间不容乐观,市场中仍然存在相当严重的竞争形势。因此,相关研究人员有必要合理开发绿色环保节能工艺,在国际上率先研发较为先进的技术,才能从根本上净化己内酰胺最终物质。唯有如此,才能助力于提升最终生产的己内酰胺产品质量,来达到扩建产能的目的,大大提升企业市场竞争力,为相关行业领域内的研究提供指引方向。

参考文献:

- [1]王英普.浅谈己内酰胺精制各工序对产品质量的影响[J].清洗世界,2020,36(1):52-53.
- [2]晓铭.己内酰胺精制技术研究进展[J].乙醛醋酸化工,2016(02):21~24+11+30.
- [3]李玉芳,伍小明.我国己内酰胺精制技术研究进展[J].精细与专用化学品,2020,28(01):47-49.
- [4]窦晓勇,牛乐朋.己内酰胺精制技术研究进展[J].现代化工,2016,36(07):33-36.
- [5]晓铭.己内酰胺精制技术研究进展[J].乙醛醋酸化工,2016(2):1-24,11.