

发 明 专 利 请 求 书

请按照本表背面“填表注意事项”正确填写本表各栏

此框内容向专利局填写

⑤ 发 明 称	一种气相选择吸附分离混合二氯苯的方法			① 申 请 号 (发明)	
⑥ 发 明 人	孙尧俊 郭国清 王力平 姜慧文 吴泰璇 龙英才 李日初			② 分 案 提 交 日	③ 申 请 日
⑦ 申 请 人	姓 名 或 名 称 (代 表)	复 旦 大 学		国 籍 或 所 在 地 国 家	中 国
	邮 政 编 码	200433 地 址 上海市邯郸路220号		联 系 人 姓 名	
	姓 名 或 名 称	北 京 燕 山 石 油 化 工 公 司 研 究 院		国 籍 或 所 在 地 国 家	中 国
	邮 政 编 码	102550 地 址 北京房山区燕山凤凰亭路9号			
	姓 名 或 名 称	江 苏 扬 农 化 工 集 团 有 限 公 司		国 籍 或 所 在 地 国 家	中 国
	邮 政 编 码	225009 地 址 江苏省扬州市文峰路39号			
⑧ 专 机 代 理 构	名 称	复 旦 大 学 专 利 事 务 所		代 理 机 构 代 理 号	31200
	邮 政 编 码	200433 地 址 上海市邯郸路220号			
	代 理 人 姓 名	姚 静 芳	代 理 人 证 书 号	31200002	电 话
⑨ 保 种 藏	保 藏 单 位	地 址			
	保 藏 日 期	保 藏 编 号	分 类 号		
⑩ 分 申 请	原 案 申 请 号			不 宽 丧 限 失 期 新 声 颖 明 性 性	<input type="checkbox"/> 已在中国政府主办 或承认的国际展览 会上首次展出
	原 案 申 请 日				<input type="checkbox"/> 已在规定的学术会 议或技术会议上首 次发表
⑪ 要 求 优 先 权 声 明	在 先 申 请 国 别	在 先 申 请 日	在 先 申 请 号		<input type="checkbox"/> 本专利申请可能涉 及国家重大利益， 请求保密处理
					⑬ 保 请 密 求
					⑭ 权 利 要 求 项 数 每 份 8 项 说 明 书 每 份 4 页 说 明 书 附 图 每 份 ✓ 页

说明书摘要

本发明是用沸石分子筛分离混合二氯苯的方法。现有技术的分离方法存在成本高、能耗高的不足之处，本发明是将混合二氯苯以气相状态通过沸石分子筛吸附剂，吸附剂选择吸附对二氯苯，吸余物为间二氯苯、邻二氯苯和微量的对二氯苯。被吸附的对二氯苯在脱附条件下脱附，沸石分子筛吸附剂得到再生。吸余物用常规精馏方法精馏，即可制取纯度大于99.7%的间二氯苯。

权 利 要 求 书

1, 一种气相吸附分离混合二氯苯的方法, 其特征是混合二氯苯以气相状态通过沸石分子筛吸附剂, 吸附剂吸附对二氯苯, 吸余物为间二氯苯、邻二氯苯和微量的对二氯苯, 被吸附的对二氯苯, 在脱附条件下经脱附剂脱附, 沸石分子筛吸附剂得到再生, 吸余物经精馏分离制得纯间二氯苯, 具体条件是:

(1) 吸附温度是 $180^{\circ}\text{C}\sim 230^{\circ}\text{C}$, 压力是常压 $\sim 0.5\text{Mpa}$,

空速是 $0.1\sim 30/\text{时}$ (重量);

(2) 脱附温度是 $180^{\circ}\text{C}\sim 230^{\circ}\text{C}$, 压力是常压 $\sim 2.0\text{pa}$,

空速是 $0.1\sim 20/\text{时}$ (重量), 剂水比是 $3.0\sim 5.0$ 。

2, 根据权利要求 1 所述的气相吸附分离混合二氯苯的方法, 其特征是吸附、脱附条件是:

(1) 吸附温度 $180\sim 200^{\circ}\text{C}$, 压力是常压 $\sim 0.3\text{Mpa}$,

空速 $0.1\sim 20/\text{时}$ (重量);

(2) 脱附温度 $180\sim 200^{\circ}\text{C}$, 压力是常压 $\sim 1.0\text{Mpa}$,

空速是 $0.1\sim 10/\text{时}$ (重量)。

3, 根据权利要求 1 所述的气相吸附分离混合二氯苯的方法, 其特征是吸附剂是 MFI 型沸石分子筛吸附剂。

4, 根据权利要求 1 所述的气相吸附分离混合二氯苯的方法, 其特征是吸附剂是 Silicalite-1 沸石分子筛吸附剂。

5, 根据权利要求 1 所述的气相吸附分离混合二氯苯的方法, 其特征是吸附剂是无粘接剂 Silicalite-1 沸石分子筛吸附剂。

6, 根据权利要求 1 所述的气相吸附分离混合二氯苯的方法, 其特征是脱附剂是水蒸气。

7, 根据权利要求 1 所述的气相吸附分离混合二氯苯的方法, 其特征是脱附是减压脱附, 压力是 0.001Mpa~0.07Mpa, 温度是 160~230°C。

8, 根据权利要求 1 所述的气相吸附分离混合二氯苯的方法, 其特征是脱附是减压脱附, 条件是压力 0.01Mpa~0.07Mpa、温度是 160~200°C。

说明书

一种气相选择吸附分离混合二氯苯的方法

本发明涉及的是从混合二氯苯中分离间二氯苯的方法，特别是用沸石分子筛作为固体吸附剂分离间二氯苯的方法。

众所周知，间二氯苯是重要的有机化工原料，有诸多用途。从混合二氯苯中分离间二氯苯有许多方法，如提取蒸馏法、磺化法和吸附分离法。由于吸附分离法具有无污染、产品纯度高之优点，因而发展较快。如美国专利 US 4,996,380，就是采用此法。该法是将混合二氯苯液相通过 X 或 Y 型沸石分子筛吸附剂，其中间二氯苯被选择性吸附，然后用脱附剂将被吸附的间二氯苯脱附出来。该方法具有一般吸附分离的优点，但工艺过程比较复杂，因而投资也较大。此外，由于抽出物和吸余物中均含有脱附剂，需用蒸馏回收，因而能耗也较高。

本发明的目的在于提供一种工艺合理、设备简单、投资低，能从混合二氯苯中分离出高纯度间二氯苯的方法。

本发明是这样来实现的，将混合料液在吸附条件下，以气相状态通过装有沸石分子筛吸附剂的吸附床，吸附床内的吸附剂选择地吸附对二氯苯，吸余物是间二氯苯、邻二氯苯和微量对二氯苯的混合物。被吸附的对二氯苯，在脱附条件下，经脱附剂脱附或减压脱附，脱附剂是水蒸汽、二氧化碳、氮气、或小于 C_4 的低碳烃，吸余物经精馏制得间二氯苯。本发明原料中的三种二氯苯异构体的沸点是：对二氯苯为 $174.1^{\circ}C$ ，间二氯苯为 $173.0^{\circ}C$ ，邻二氯苯 $180.4^{\circ}C$ （石油化工基础数据手册，卢焕章等编著，1982年，第一版，化学工业出版社出版发行）。由于本发明所用吸附剂选择地吸附了原料中的对二氯苯，吸余物中的间二氯苯和邻二氯苯沸点相差 $7.4^{\circ}C$ ，因而

可方便地用工业上通用的精馏方法制得高纯度(99.7%以上)的间二氯苯。

本发明的吸附条件是:温度是180~230°C,压力是常压~0.5Mpa,空速是0.1~30/时(重量),脱附条件是:用水蒸汽作为脱附剂,温度为180~230°C,压力是常压~2.0Mpa,空速是0.1~20/时(重量),剂水比0.3~5.0,脱附剂也可以是二氧化碳、氮气、或小于C₄的低碳烃。

本发明较佳的吸附分离条件是:吸附温度是180~200°C,吸附压力是常压~0.3Mpa,吸附空速是0.1~20/时(重量),脱附温度是180~200°C,脱附压力是常压~1.0Mpa,脱附空速是0.1~10/时(重量)。

本发明所用吸附剂是MFI型沸石分子筛吸附剂,MFI型沸石分子筛包括ZSM-5和硅沸石(Silicalite-1)沸石分子筛。

本发明也可用镁碱沸石(Ferrierite),但以无粘合剂Silicalite-1沸石分子筛(见中国专利,专利号ZL 94 112035.X)为佳。因该吸附剂具有吸附容量高、选择性好、热稳定性及化学稳定性优良、无催化作用、脱附及再生性能好、使用寿命长等优点。

本发明用水蒸汽作脱附剂更好,比其它脱附剂成本低,且适用广,革除了抽出物和吸余物中脱附剂的回收步骤。

本发明也可用减压脱附代替脱附剂脱附,减压脱附的压力是0.001Mpa~0.07Mpa,温度是160~230°C。

本发明减压脱附较佳的条件是脱附的压力是0.001Mpa~0.07Mpa,温度是160~200°C。

本发明在混合二氯苯分离领域具有十分良好的应用效果,与已有的技术相比,有无污染、产品纯度高、工艺合理、设备简单、投资少、吸附剂寿命长易工业化等优点。

实施例:

实施例中使用的四种原料 A、B、C、D 的重量百分组成含量如下:

原料	重量百分组成 (%)		
	对二氯苯	间二氯苯	邻二氯苯
A	25.30	62.21	12.49
B	29.27	60.31	10.42
C	33.04	56.75	10.21
D	29.51	62.19	8.30

实施例 1~6 中的吸附床内装有 MFI 型沸石分子筛约 300 克, 原料汽化后通入吸附床, 吸附剂吸附了对二氯苯后, 获得含间二氯苯、邻二氯苯和微量对二氯苯的吸余物。用脱附剂 (水蒸汽或小分子的烃类或气体) 或用减压脱附法脱附, 吹扫出中间馏份并使沸石分子筛中吸附的对二氯苯脱附, 得到中间馏份和抽出物的混合物。吸余物、中间馏份和抽出物混合物用气相色谱仪分析。吸余物用常规的精密分馏制得纯度高于 99.7% 的间二氯苯。

实施例 1, 原料 A 62.5 克汽化后通入吸附床, 床内装有 Silicalite-1 无粘接剂吸附剂 322 克, 吸附温度 193°C, 吸附压力 0.10Mpa, 空速 1.55/时, 得到吸余物 15.1 克, 其重量百分组成为间二氯苯 83.50%, 对二氯苯 0.09%, 邻二氯苯 16.41%。

实施例 2, 在实施例 1 中得到 15.1 克吸余物后, 将温度 193°C、压力 0.25Mpa、空速 1.40/时的水蒸汽 290 克通入吸附床, 使分子筛中吸附的对二氯苯脱附, 收集到中间馏份和抽出物共 47.2 克, 重量百分组成为 间二氯苯 55.53%, 对二氯苯 33.28%, 邻二氯苯 11.19%。

实施例 3, 原料 B 54.3 克汽化后通入吸附床, 床内装有 ZSM-5(Si/Al=380)吸附剂 310 克, 吸附温度 188°C, 吸附压力 0.13Mpa,

空速 1.60/时，得到吸余物 12.2 克，其重量百分组成为 间二氯苯 82.37%，对二氯苯 0.18%，邻二氯苯 17.45%。

实施例 4，在实施例 3 中得到 12.2 克吸余物后，吸附床减压至 0.06Mpa，在 188°C 将吸附于分子筛中吸附的对二氯苯脱附，连同中间馏份一起收集到冷阱中共 41.8 克，重量百分组成为 间二氯苯 53.92%，对二氯苯 37.65%，邻二氯苯 8.43%。

实施例 5，原料 C 57.7 克汽化后通入吸附床，床内装有 Silicalite-1 无粘接剂吸附剂 322 克，吸附温度 185°C，吸附压力 0.50Mpa，空速 1.20/时，得到吸余物 6.3 克，其重量百分组成为 间二氯苯 82.79%，对二氯苯 0.13%，邻二氯苯 17.08%。

然后将温度 186°C、压力 0.20Mpa、空速 0.30/时的水蒸汽 201 克通入吸附床，使分子筛中吸附的对二氯苯脱附，收集到中间馏份和抽出物共 51.0 克，重量百分组成为 间二氯苯 53.50%，对二氯苯 37.18%，邻二氯苯 9.32%。

实施例 6，原料 D 50.7 克汽化后通入吸附床，床内装有 Silicalite-1 无粘接剂吸附剂 322 克，吸附温度 218°C，吸附压力 0.10Mpa，空速 1.81/时，得到吸余物 17.6 克，其重量百分组成为 间二氯苯 90.94%，对二氯苯 0.24%，邻二氯苯 8.82%。

然后将温度 220°C、压力 0.15Mpa、空速 9.50/时的水蒸汽 1550 克通入吸附床，使分子筛中吸附的对二氯苯脱附，收集到中间馏份和抽出物共 32.9 克，重量百分组成为 间二氯苯 46.86%，对二氯苯 45.09%，邻二氯苯 8.05%。