



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110563596 B

(45) 授权公告日 2022. 07. 26

(21) 申请号 201910870145.X

(22) 申请日 2019.09.16

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 110563596 A

(43) 申请公布日 2019.12.13

(73) 专利权人 山东泰和水处理科技股份有限公司

地址 277000 山东省枣庄市市中区十里泉路1号

(72) 发明人 程终发 齐晓婧 林学洲 周响
陈成效 宋盟盟 周靖仁(74) 专利代理机构 济南泉城专利商标事务所
37218

专利代理师 杨阳

(51) Int.Cl.

C07C 227/18 (2006.01)

C07C 227/40 (2006.01)

C07C 229/24 (2006.01)

C07C 229/16 (2006.01)

C01D 3/04 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 109369427 A, 2019.02.22

CN 108003050 A, 2018.05.08

CN 105646254 A, 2016.06.08

CN 105732408 A, 2016.07.06

CN 208883750 U, 2019.05.21

US 4129593 A, 1978.12.12

审查员 侯锡爱

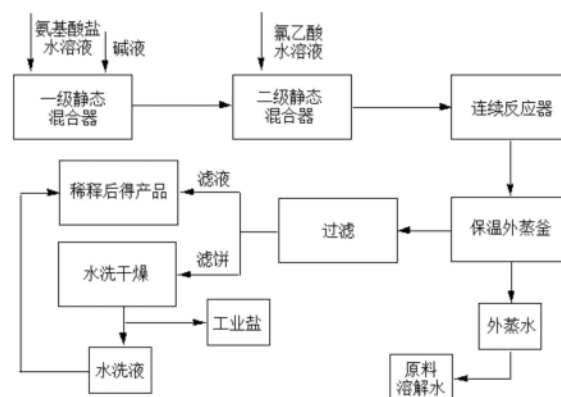
权利要求书1页 说明书7页 附图1页

(54) 发明名称

一种二羧甲基氨基酸盐的制备方法

(57) 摘要

本发明提供了一种二羧甲基氨基酸盐的制备方法,利用氨基酸、液碱和氯乙酸为原料,采用物料连续两级液-液静态混合后进入连续反应器加热反应的方式连续合成N,N-二羧甲基氨基酸盐溶液产品。该方法有利于稳定产品质量、产品收率高、提高设备利用率、缩短生产周期、降低生产成本,且整个过程无三废产生,安全环保,易于实现规模化生产。



1. 一种N,N-二羧甲基氨基酸盐的连续化生产方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 将氨基酸盐水溶液和碱溶液连续打入一级静态混合器;

(2) 将从一级静态混合器混合均匀的物料通过管道连续进入二级静态混合器,并与连续通入的氯乙酸水溶液在二级静态混合器内完成充分混合;

(3) 将混合物料从二级静态混合器连续匀速注入连续反应器中反应;

(4) 将经连续反应器出来的物料连续转至保温外蒸釜,加热搅拌,然后经负压外蒸、固液分离后得滤饼和滤液,滤饼水洗分离得水洗液和副产盐,滤液稀释得N,N-二羧甲基氨基酸盐溶液;

所述步骤(1)中氨基酸和碱的摩尔比例为1:2.1 ~ 2.3;步骤(2)中,进入二级静态混合器的氨基酸盐与氯乙酸的摩尔比为1:2.05 ~ 2.15;

步骤(1)中氨基酸选自谷氨酸、天冬氨酸或丙氨酸;

步骤(3)中连续反应器内反应温度为80 ~ 85℃,物料流经连续反应器的时间为3 ~ 4小时;

步骤(4)中加热温度为80 ~ 100℃,搅拌时间为0.5 ~ 1小时,负压外蒸的温度为60 ~ 80℃。

2. 根据权利要求1所述的连续化生产方法,其特征在于,所述步骤(1)中氨基酸盐水溶液选自氨基酸钠盐或钾盐,碱溶液选自氢氧化钠或氢氧化钾水溶液。

3. 根据权利要求1所述的连续化生产方法,其特征在于,所述步骤(1)中氨基酸的质量百分比浓度为40 ~ 65%,碱溶液质量百分比浓度为30 ~ 50%;步骤(2)中,所述的氯乙酸水溶液的质量百分比浓度为30 ~ 60%。

4. 根据权利要求1所述的连续化生产方法,其特征在于,步骤(2)中,所述的氯乙酸水溶液的质量百分比浓度为45 ~ 50%。

5. 根据权利要求1所述的连续化生产方法,其特征在于,步骤(3)中,所述连续反应器为连续的盘管式反应管或首尾串联的多级反应釜。

6. 根据权利要求5所述的连续化生产方法,其特征在于,步骤(3)中,所述连续反应器为盘管式连续反应器。

一种二羧甲基氨基酸盐的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及精细化学品合成技术领域,具体涉及一种绿色螯合剂N,N-二羧甲基氨基酸盐的连续化生产方法。

背景技术

[0002] 诸如谷氨酸二乙酸、甲基甘氨酸二乙酸等多种N,N-二羧甲基氨基酸的盐类因具有易溶于水、易生物降解,符合OECD生物可生物降解性测试要求,产品对环境友好,使用安全等特点,越来越多的引起人们的注意。这些N,N-二羧甲基氨基酸盐统称为绿色螯合剂,具有与EDTA相当的金属螯合能力,能与金属离子形成稳定的水溶性络合物,可以在很宽的pH值范围内溶解良好,去污能力强,且能与体系中的杀菌剂产生良好的协同作用,以其绿色可生物降解的物性和可持续性应用的功能,可以替代NTA、EDTA等传统螯合剂,广泛应用于日用化学工业、医药工业、农业、洗涤用品行业、工业除垢等领域。环境变迁与地球变暖再次让“环保”和“绿色”聚焦成为大众生活的议题,绿色产品与低碳排放亦为业界所重视并形成一个大趋势。

[0003] 目前,关于绿色螯合剂N,N-二羧甲基氨基酸盐的合成方法,国内外文献均有大量报道。欧洲专利W09429421和美国专利US5817864均对甲基甘氨酸二乙酸或其钠盐的合成方法做了介绍。德国巴斯夫公司公开了一种通过碱性水解甲基甘氨酸二乙腈制备副产物含量低、浅色甲基甘氨酸-N,N-二乙酸三(碱金属)盐的方法。中国专利CN102993034A介绍了一种利用粗氢氰酸和甲醛反应先合成亚氨基二乙腈溶液,然后使其与乙醛反应制备甲基甘氨酸二乙腈晶体,通入氮气与氢氧化钠回流水解制得甲基甘氨酸二乙酸三钠稀溶液的方法,产品收率可达86%。中国专利CN101784513A中介绍了一种利用L-谷氨酸、甲醛和氰化氢及其盐为原料制备谷氨酸-N,N-二乙酸盐碱金属盐的方法,该方法产品杂质含量高,而且使用的原料氢氰酸剧毒,产生的废水中含有大量的氰残留,同时容易腐蚀生产设备。中国专利201210073918.X通过在体系中引入有机碱,利用锌盐催化L-谷氨酸和2-氯乙腈反应,然后经氢氧化钠中和调碱制备谷氨酸二乙酸四钠($\text{GLDA} \cdot \text{Na}_4$),有机碱的使用,后期调碱后需要回流排出生成的氨,而且生成的产品颜色深,此方法工艺操作复杂,工艺周期长、能耗大。中国文献有报道以L-谷氨酸和氯乙酸为原料,加入LiOH调节体系pH并混合均匀,加热反应5-6小时再用盐酸酸化,经减压蒸馏加无水乙醇重结晶和洗涤制备N,N-二羧甲基-L-谷氨酸的方法,该方法制备的产品收率低,反应时间长,增加生产成本。

[0004] 现有已公开关于绿色螯合剂N,N-二羧甲基氨基酸盐的工艺多采用传统间歇性釜式合成方法,该方法制备的产品批次间质量不稳定、转料周期长,设备利用率低、生产成本低,不利产品的工业化规模发展。

发明内容

[0005] 针对目前绿色螯合剂N,N-二羧甲基氨基酸盐采用传统间歇性釜式合成存在的问题,本发明提供一种利用氨基酸、液碱和氯乙酸为原料,连续合成绿色螯合剂N,N-二羧甲基

氨基酸盐的生成方法,该方法有利于稳定产品质量、提高设备利用率、降低生产成本,安全、环保,易于产品规模化发展。

[0006] 为实现上述目的,本发明采用如下技术方案。

[0007] 一种绿色螯合剂N,N-二羧甲基氨基酸盐的连续化生产方法,包括以下步骤:

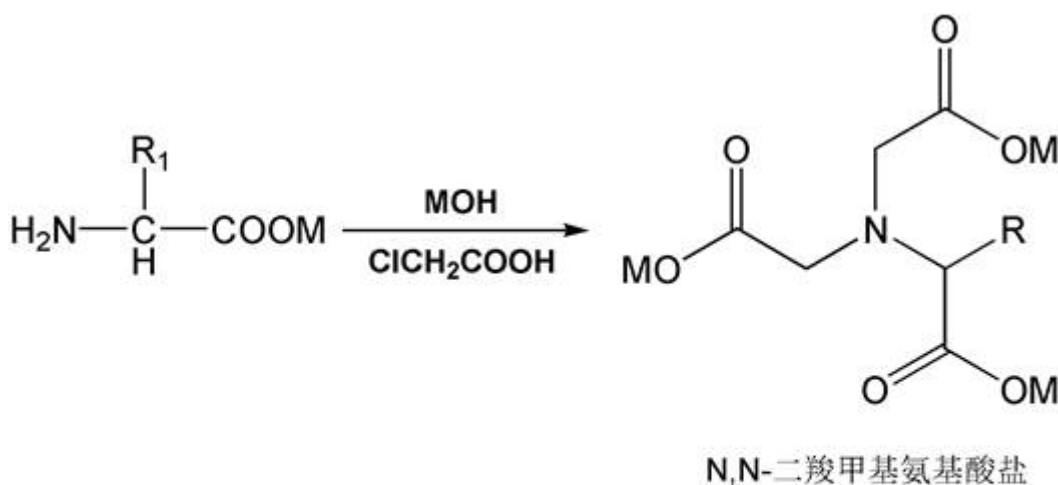
[0008] (1)将氨基酸盐水溶液和碱溶液连续打入一级静态混合器;

[0009] (2)将从一级静态混合器混合均匀的物料通过管道连续进入二级静态混合器,并与连续通入的氯乙酸水溶液在二级静态混合器内完成充分混合;

[0010] (3)将混合物料从二级静态混合器连续匀速注入连续反应器中反应;

[0011] (4)将经连续反应器出来的物料连续转至保温外蒸釜,加热搅拌,然后经负压外蒸、固液分离后得滤饼和滤液,滤饼水洗分离得水洗液和副产盐,滤液稀释得N,N-二羧甲基氨基酸盐溶液。

[0012] 合成路线如下:



其中, $R_1 = -CH_3$, $-CH_2COOH$ 或 $-(CH_2)_2COOH$

$R = -CH_3$, $-CH_2COOM$ 或 $-(CH_2)_2COOM$

$M = Na$ 或 K

[0014] 步骤(1)中,所述的氨基酸盐水溶液选自氨基酸钠盐或钾盐;碱溶液选自氢氧化钠或氢氧化钾水溶液。

[0015] 步骤(1)中,所述氨基酸和碱的摩尔比例为1:(1.8~2.4),优选为1:(2.1~2.3)。

[0016] 步骤(1)中,所述氨基酸的质量百分比浓度为40~65%。

[0017] 步骤(1)中,所述碱溶液质量百分比浓度为30~50%。

[0018] 步骤(1)中,所述氨基酸选自谷氨酸、天冬氨酸或丙氨酸。

[0019] 步骤(2)中,所述的氯乙酸水溶液的质量百分比浓度可以为30~60%,优选为45~50%。

[0020] 步骤(2)中,所述的进入二级静态混合器的氨基酸盐与氯乙酸的摩尔比为1:(2.05~2.30),优选为1:(2.05~2.15)。

[0021] 步骤(3)中,所述连续反应器为连续的盘管式反应管或首尾串联的多级反应釜,优选为盘管式连续反应器。

- [0022] 步骤(3)中,所述连续反应器内反应温度为70~110℃,优选为80~85℃。
- [0023] 步骤(3)中,所述的物料流经连续反应器的时间为1~6小时,优选为3~4小时。
- [0024] 步骤(3)中,所述的物料流量由连续反应器的体积、原料配比及物料流经连续反应器的时间确定。
- [0025] 步骤(4)中,所述加热温度为80~100℃,所述搅拌时间为0.5~1小时。
- [0026] 步骤(4)中,所述的负压外蒸的温度为60~80℃。
- [0027] 步骤(4)中,所述的负压外蒸所收集外蒸水可循环用做原料氨基酸盐和氯乙酸的溶解水。
- [0028] 本发明具有以下优点:
- [0029] 本发明方法在常温条件下,利用氨基酸盐水溶液、液碱及氯乙酸的水溶液为原料,采用物料连续两级液-液静态混合后进入连续反应器加热反应的方式合成N,N-二羧甲基氨基酸盐溶液产品。该方法采用混料、进料、反应、出料的连续性进行,稳定产品质量的同时,提高了反应设备利用率、缩短生产周期、降低生产成本;产品收率高、且整个过程无三废产生,安全环保,易于实现规模化生产。

附图说明

- [0030] 图1是反应流程简图。

具体实施方式

- [0031] 下面结合实施例和附图对本发明做进一步说明,但本发明不受下述实施例的限制。
- [0032] 实施例1
- [0033] 反应流程图如图1所示:
- [0034] (1)向一级静态混合器按质量分数65%的谷氨酸二钠水溶液146.9kg/h、质量分数30%的氢氧化钠水溶液140.0kg/h的流量匀速打入谷氨酸二钠和氢氧化钠的水溶液,谷氨酸二钠和氢氧化钠的摩尔比 $n_{\text{谷氨酸二钠}}:n_{\text{氢氧化钠}}$ 为1:2.1;
- [0035] (2)物料经一级静态混合器匀速进入二级静态混合器中,同时按质量分数50%的氯乙酸水溶液193.8kg/h的流量匀速加入氯乙酸水溶液,谷氨酸二钠和氯乙酸的摩尔比为 $n_{\text{谷氨酸二钠}}:n_{\text{氯乙酸}}$ 为1:2.05;
- [0036] (3)物料从二级静态混合器以480.7kg/h的流量匀速进入盘管式连续反应器中反应,通过间壁式换热器控制连续反应器温度保持在 $82\pm 2^{\circ}\text{C}$,3.03h;
- [0037] (4)将经连续反应器出来的物料连续转至保温外蒸釜,控制釜内温度 $82\pm 2^{\circ}\text{C}$,搅拌0.5小时后,在-0.22MPa, $62\pm 2^{\circ}\text{C}$ 条件下外蒸浓缩至析出大量氯化钠,固液分离后得滤饼和滤液;滤饼再经水洗离心分离得水洗液和副产氯化钠,所得1131.5kg含GLDA质量分数6.34%的水洗液与1975.1kg含GLDA质量分数47.49%的滤液混合,调整浓度得质量分数 $38\pm 1\%$ 的谷氨酸二乙酸四钠(GLDA)水溶液。外蒸水直接打入溶解水罐,用于原料谷氨酸钠和氯乙酸的溶解。
- [0038] 其中,以一个反应周期计得质量分数38.15%的GLDA水溶液2646.7kg, GLDA收率(以谷氨酸二钠计)95.89%,副产物2-羟基乙酸含量1.34%,氯离子含量1.53%;得副产氯化钠

319.2kg,纯度99.32%。

[0039] 实施例2

[0040] (1)向一级静态混合器按质量分数65%的谷氨酸二钠水溶液119.8kg/h、质量分数50%的氢氧化钠水溶液75.0kg/h的流量匀速打入谷氨酸二钠和氢氧化钠的水溶液,谷氨酸二钠和氢氧化钠的摩尔比 $n_{\text{谷氨酸二钠}}:n_{\text{氢氧化钠}}$ 为1:2.3;

[0041] (2)物料经一级静态混合器匀速进入二级静态混合器中,同时按质量分数50%的氯乙酸水溶液165.7kg/h的流量匀速加入氯乙酸水溶液,谷氨酸二钠和氯乙酸的摩尔比为 $n_{\text{谷氨酸二钠}}:n_{\text{氯乙酸}}$ 为1:2.15;

[0042] (3)物料从二级静态混合器以360.5kg/h的流量匀速进入盘管式连续反应器中反应,通过间壁式换热器控制连续反应器温度保持在 $82\pm 2^{\circ}\text{C}$,3.95h;

[0043] (4)将经连续反应器出来的物料连续转至保温外蒸釜,控制釜内温度 $98\pm 2^{\circ}\text{C}$,搅拌1小时后,在-0.44MPa, $78\pm 2^{\circ}\text{C}$ 条件下外蒸浓缩至析出大量氯化钠,固液分离后得滤饼和滤液。滤饼再经水洗离心分离得水洗液和副产氯化钠;所得1039.5kg含GLDA质量分数7.48%的水洗液与1601.9kg含GLDA质量分数46.82%的滤液混合,调整浓度得质量分数 $38\pm 1\%$ 的谷氨酸二乙酸四钠(GLDA)水溶液。外蒸水直接打入溶解水罐,用于原料谷氨酸钠和氯乙酸的溶解。

[0044] 其中,以一个反应周期计得质量分数38.22%的GLDA水溶液2165.8kg, GLDA收率(以谷氨酸二钠计)96.41%,副产物2-羟基乙酸含量2.48%,氯离子含量1.55%;得副产氯化钠274.0kg,纯度99.06%。

[0045] 对比例1

[0046] (1)向一级静态混合器按质量分数65%的谷氨酸二钠水溶液128.4kg/h、质量分数30%的氢氧化钠水溶液145.7kg/h的流量匀速打入谷氨酸二钠和氢氧化钠的水溶液,谷氨酸二钠和氢氧化钠的摩尔比 $n_{\text{谷氨酸二钠}}:n_{\text{氢氧化钠}}$ 为1:2.5;

[0047] (2)物料经一级静态混合器匀速进入二级静态混合器中,同时按质量分数50%的氯乙酸水溶液206.6kg/h的流量匀速加入氯乙酸水溶液,谷氨酸二钠和氯乙酸的摩尔比为 $n_{\text{谷氨酸二钠}}:n_{\text{氯乙酸}}$ 为1:2.50;

[0048] (3)物料从二级静态混合器以480.7kg/h的流量匀速进入盘管式连续反应器中反应,通过间壁式换热器控制连续反应器温度保持在 $82\pm 2^{\circ}\text{C}$,3.01h;

[0049] (4)将经连续反应器出来的物料连续转至保温外蒸釜,控制釜内温度 $98\pm 2^{\circ}\text{C}$,搅拌1小时后,在-0.44MPa, $78\pm 2^{\circ}\text{C}$ 条件下外蒸浓缩至析出大量氯化钠,固液分离后得滤饼和滤液。滤饼再经水洗离心分离得水洗液和副产氯化钠;所得1289.7kg含GLDA质量分数5.51%的水洗液与1597.8kg含GLDA质量分数46.35%的滤液混合,调整浓度得质量分数 $38\pm 1\%$ 的谷氨酸二乙酸四钠(GLDA)水溶液。外蒸水直接打入溶解水罐,用于原料谷氨酸钠和氯乙酸的溶解。其中,以一个反应周期计得质量分数38.31%的GLDA水溶液2118.6kg, GLDA收率(以谷氨酸二钠计)85.96%,副产物2-羟基乙酸含量9.52%,氯离子含量1.61%;得副产氯化钠359.3kg,纯度99.32%。

[0050] 对比例2

[0051] (1)向一级静态混合器按质量分数65%的谷氨酸二钠水溶液146.9kg/h、质量分数30%的氢氧化钠水溶液100.0kg/h的流量匀速打入谷氨酸二钠和氢氧化钠的水溶液,谷氨酸

二钠和氢氧化钠的摩尔比 $n_{\text{谷氨酸二钠}}:n_{\text{氢氧化钠}}$ 为1:1.5;

[0052] (2)物料经一级静态混合器匀速进入二级静态混合器中,同时按质量分数50%的氯乙酸水溶液141.8kg/h的流量匀速加入氯乙酸水溶液,谷氨酸二钠和氯乙酸的摩尔比为 $n_{\text{谷氨酸二钠}}:n_{\text{氯乙酸}}$ =1:1.50;

[0053] (3)物料从二级静态混合器以388.7kg/h的流量匀速进入盘管式连续反应器中反应,通过间壁式换热器控制连续反应器温度保持在 $82\pm 2^{\circ}\text{C}$,3.75h;

[0054] (4)将经连续反应器出来的物料连续转至保温外蒸釜,控制釜内温度 $98\pm 2^{\circ}\text{C}$,搅拌1小时后,在-0.44MPa, $78\pm 2^{\circ}\text{C}$ 条件下外蒸浓缩至析出大量氯化钠,固液分离后得滤饼和滤液。滤饼再经水洗离心分离得水洗液和副产氯化钠;所得838.2kg含GLDA质量分数5.77%的水洗液与1556.3kg含GLDA质量分数46.81%的滤液混合,调整浓度得质量分数 $38\pm 1\%$ 的谷氨酸二乙酸四钠(GLDA)水溶液。外蒸水直接打入溶解水罐,用于原料谷氨酸钠和氯乙酸的溶解。

[0055] 其中,以一个反应周期计得质量分数38.18%的GLDA水溶液2034.8kg,GLDA收率(以谷氨酸二钠计)73.78%,副产物2-羟基乙酸含量0.64%,氯离子含量1.48%;得副产氯化钠233.3kg,纯度99.32%。

[0056] 实施例3

[0057] (1)向一级静态混合器按质量分数65%的丙氨酸钠水溶液97.9kg/h、质量分数30%的氢氧化钠水溶液160.6kg/h的流量匀速打入丙氨酸钠和氢氧化钠的水溶液,丙氨酸钠和氢氧化钠的摩尔比 $n_{\text{丙氨酸钠}}:n_{\text{氢氧化钠}}$ 为1:2.1;

[0058] (2)物料经一级静态混合器匀速进入二级静态混合器中,同时按质量分数50%的氯乙酸水溶液222.2kg/h的流量匀速加入氯乙酸水溶液,丙氨酸钠和氯乙酸的摩尔比为 $n_{\text{丙氨酸钠}}:n_{\text{氯乙酸}}$ 为1:2.05;

[0059] (3)物料从二级静态混合器以480.7kg/h的流量匀速进入盘管式连续反应器中反应,通过间壁式换热器控制连续反应器温度保持在 $82\pm 2^{\circ}\text{C}$,2.98h;

[0060] (4)将经连续反应器出来的物料连续转至保温外蒸釜,控制釜内温度 $82\pm 2^{\circ}\text{C}$,搅拌0.5小时后,在-0.22MPa, $62\pm 2^{\circ}\text{C}$ 条件下外蒸浓缩至析出大量氯化钠,固液分离后得滤饼和滤液。滤饼再经水洗离心分离得水洗液和副产氯化钠;所得1217.5kg含MGDA质量分数5.88%的水洗液与1748.2kg含MGDA质量分数47.12%的滤液混合,调整浓度得质量分数 $38\pm 1\%$ 的N,N-二羧甲基丙氨酸三钠(MGDA)水溶液。外蒸水直接打入溶解水罐,用于原料谷氨酸钠和氯乙酸的溶解。

[0061] 其中,以一个反应周期计,得质量分数38.10%的MGDA水溶液2350.0kg,MGDA收率(以丙氨酸钠计)96.05%,副产物2-羟基乙酸含量1.68%,氯离子含量1.49%;得副产氯化钠377.3kg,纯度99.07%。

[0062] 实施例4

[0063] (1)向一级静态混合器按质量分数65%的丙氨酸钠水溶液80.9kg/h、质量分数50%的氢氧化钠水溶液87.1kg/h的流量匀速打入丙氨酸钠和氢氧化钠的水溶液,丙氨酸钠和氢氧化钠的摩尔比 $n_{\text{丙氨酸钠}}:n_{\text{氢氧化钠}}$ 为1:2.3;

[0064] (2)物料经一级静态混合器匀速进入二级静态混合器中,同时按质量分数50%的氯乙酸水溶液192.5kg/h的流量匀速加入氯乙酸水溶液,丙氨酸钠和氯乙酸的摩尔比为

$n_{\text{丙氨酸钠}}:n_{\text{氯乙酸}}$ 为1:2.15;

[0065] (3) 物料从二级静态混合器以360.5kg/h的流量匀速进入盘管式连续反应器中反应,通过间壁式换热器控制连续反应器温度保持在 $82\pm 2^{\circ}\text{C}$,4.05h;

[0066] (4) 将经连续反应器出来的物料连续转至保温外蒸釜,控制釜内温度 $98\pm 2^{\circ}\text{C}$,搅拌1小时后,在-0.44MPa, $78\pm 2^{\circ}\text{C}$ 条件下外蒸浓缩至析出大量氯化钠,固液分离后得滤饼和滤液。滤饼再经水洗离心分离得水洗液和副产氯化钠;所得1193.8kg含MGDA质量分数6.28%的水洗液与1435.5kg含MGDA质量分数46.63%的滤液混合,调整浓度得质量分数 $38\pm 1\%$ 的N,N-二羧甲基丙氨酸三钠(MGDA)水溶液。外蒸水直接打入溶解水罐,用于原料谷氨酸钠和氯乙酸的溶解。

[0067] 其中,以一个反应周期计,得质量分数38.15%的MGDA水溶液1951.1kg, MGDA收率(以丙氨酸钠计)96.63%,副产物2-羟基乙酸含量3.16%,氯离子含量1.46%;得副产氯化钠328.7kg,纯度99.11%。

[0068] 实施例5

[0069] (1) 向一级静态混合器按质量分数65%的L-天冬氨酸二钠水溶液139.7kg/h、质量分数30%的氢氧化钠水溶液143.1kg/h的流量匀速打入L-天冬氨酸二钠和氢氧化钠的水溶液,L-天冬氨酸二钠和氢氧化钠的摩尔比 $n_{\text{L-天冬氨酸二钠}}:n_{\text{氢氧化钠}}$ 为1:2.1;

[0070] (2) 物料经一级静态混合器匀速进入二级静态混合器中,同时按质量分数50%的氯乙酸水溶液198.0kg/h的流量匀速加入氯乙酸水溶液,L-天冬氨酸二钠和氯乙酸的摩尔比为 $n_{\text{L-天冬氨酸二钠}}:n_{\text{氯乙酸}}$ 为1:2.05;

[0071] (3) 物料从二级静态混合器以480.8kg/h的流量匀速进入盘管式连续反应器中反应,通过间壁式换热器控制连续反应器温度保持在 $82\pm 2^{\circ}\text{C}$,3.07h;

[0072] (4) 将经连续反应器出来的物料连续转至保温外蒸釜,控制釜内温度 $82\pm 2^{\circ}\text{C}$,搅拌0.5小时后,在-0.22MPa, $62\pm 2^{\circ}\text{C}$ 条件下外蒸浓缩至析出大量氯化钠,固液分离后得滤饼和滤液。滤饼再经水洗离心分离得水洗液和副产氯化钠;所得1154.1kg含N,N-二乙酸-L-天冬氨酸四钠质量分数6.71%的水洗液与1989.6kg含N,N-二乙酸-L-天冬氨酸四钠质量分数46.20%的滤液混合,调整浓度得质量分数 $38\pm 1\%$ 的N,N-二乙酸-L-天冬氨酸四钠水溶液。外蒸水直接打入溶解水罐,用于原料谷氨酸钠和氯乙酸的溶解。

[0073] 其中,以一个反应周期计,得质量分数38.11%的N,N-二乙酸-L-天冬氨酸四钠水溶液2615.2kg, N,N-二乙酸-L-天冬氨酸四钠收率(以L-天冬氨酸二钠计)96.08%,副产物2-羟基乙酸含量1.58%,氯离子含量1.49%;得副产氯化钠328.5kg,纯度99.07%。

[0074] 实施例6

[0075] (1) 向一级静态混合器按质量分数65%的L-天冬氨酸二钠水溶液114.1kg/h、质量分数50%的氢氧化钠水溶液76.8kg/h的流量匀速打入L-天冬氨酸二钠和氢氧化钠的水溶液,L-天冬氨酸二钠和氢氧化钠的摩尔比 $n_{\text{L-天冬氨酸二钠}}:n_{\text{氢氧化钠}}$ 为1:2.3;

[0076] (2) 物料经一级静态混合器匀速进入二级静态混合器中,同时按质量分数50%的氯乙酸水溶液169.6kg/h的流量匀速加入氯乙酸水溶液,L-天冬氨酸二钠和氯乙酸的摩尔比为 $n_{\text{L-天冬氨酸二钠}}:n_{\text{氯乙酸}}$ 为1:2.15;

[0077] (3) 物料从二级静态混合器以360.5kg/h的流量匀速进入盘管式连续反应器中反应,通过间壁式换热器控制连续反应器温度保持在 $82\pm 2^{\circ}\text{C}$,4.02h;

[0078] (4)将经连续反应器出来的物料连续转至保温外蒸釜,控制釜内温度 $98\pm 2^{\circ}\text{C}$,搅拌1小时后,在 -0.44MPa , $78\pm 2^{\circ}\text{C}$ 条件下外蒸浓缩至析出大量氯化钠,固液分离后得滤饼和滤液。滤饼再经水洗离心分离得水洗液和副产氯化钠,;所得1112.5kg含N,N-二乙酸-L-天冬氨酸四钠质量分数5.72%的水洗液与1644.3kg含N,N-二乙酸-L-天冬氨酸四钠质量分数45.74%的滤液混合,调整浓度得质量分数 $38\pm 1\%$ 的N,N-二乙酸-L-天冬氨酸四钠水溶液。外蒸水直接打入溶解水罐,用于原料谷氨酸钠和氯乙酸的溶解。

[0079] 其中,以一个反应周期计,得质量分数37.84%的N,N-二乙酸-L-天冬氨酸四钠水溶液2155.7kg,N,N-二乙酸-L-天冬氨酸四钠收率(以L-天冬氨酸二钠计)96.28%,副产物2-羟基乙酸含量2.65%,氯离子含量1.54%;得副产氯化钠281.3kg,纯度99.07%;所得水洗液1112.5kg,N,N-二乙酸-L-天冬氨酸四钠含量5.72%;所得滤液1644.3kg,N,N-二乙酸-L-天冬氨酸四钠含量45.74%。

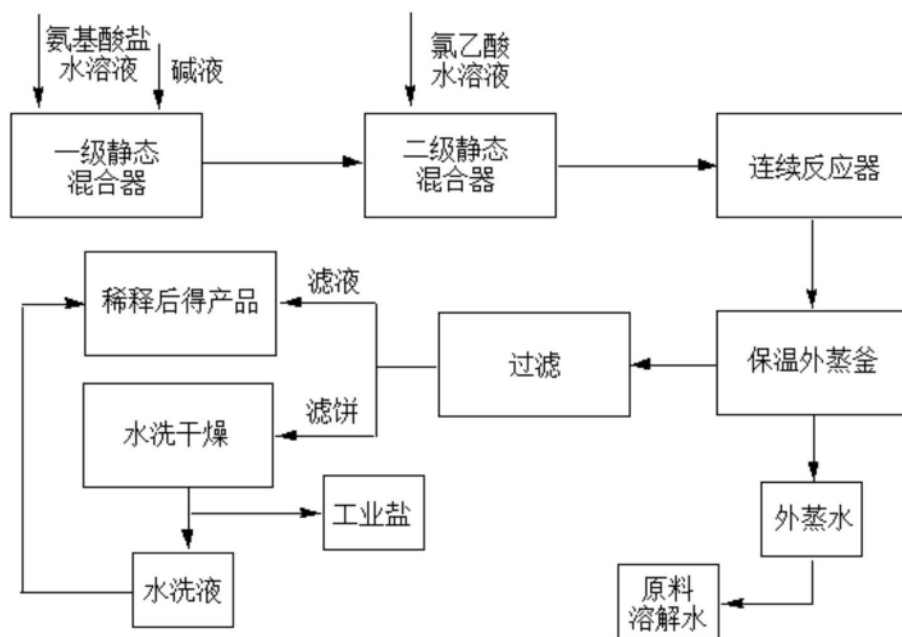


图1