

(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102134202 A

(43) 申请公布日 2011. 07. 27

(21) 申请号 201110062035. 4

B01F 17/22(2006. 01)

(22) 申请日 2011. 03. 01

(66) 本国优先权数据

201110035777. 8 2011. 01. 31 CN

(71) 申请人 浙江赞宇科技股份有限公司

地址 310009 浙江省杭州市城头巷 128 号

(72) 发明人 夏雄燕 黄亚茹 雷小英 史立文

(74) 专利代理机构 杭州九洲专利事务所有限公司 33101

代理人 王洪新

(51) Int. Cl.

C07C 233/36(2006. 01)

C07C 231/12(2006. 01)

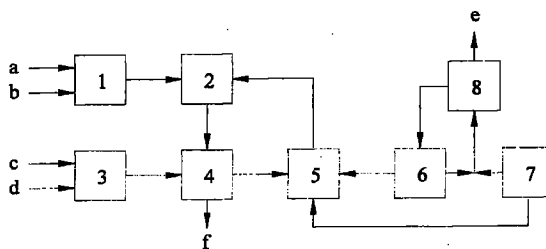
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种连续化生产烷基酰胺丙基甜菜碱的工艺

(57) 摘要

本发明涉及一种表面活性剂生产工艺。目的是实现烷基酰胺丙基甜菜碱的连续化生产,以保证产品质量、提高生产率和能源利用率。技术方案是:一种连续化生产烷基酰胺丙基甜菜碱的工艺,通过以下步骤实现:1、脂肪酸或脂肪酸酯与 N, N-二甲氨基丙胺混合均匀,加热后进入缩合反应器反应,然后进入精馏塔分馏, N, N-二甲氨基丙胺返回反应器继续参与反应;产物进入真空闪蒸器,脱除的 N, N-二甲氨基丙胺再次进入精馏塔分馏;脱胺后的烷基酰胺叔胺与第一热交换器输出的物料混合降温后进入季胺化反应器;2、氯乙酸和液碱计量中和后进入季胺化反应器与烷基酰胺叔胺进行反应,产品与静态混合器出来的物料经过调整,得到烷基酰胺丙基甜菜碱产品。



1. 一种连续化生产烷基酰胺丙基甜菜碱的工艺,依次通过以下步骤实现:

1) 脂肪酸或脂肪酸酯与 N, N-二甲氨基丙胺,通过计量泵按 1 : 1.0 ~ 2.0 的摩尔比进入静态混合器混合均匀,静态混合器温度为 20℃ ~ 60℃;接着先后经过加热温度为 40℃ ~ 80℃ 的第一热交换器加热以及第二热交换器中的加热温度为 90℃ ~ 120℃ 的加热管路加热,之后进入反应温度为 140 ~ 180℃ 的带夹套的缩合反应器反应 1 ~ 10h,以自然蒸出反应所生成的水和一部分 N, N-二甲氨基丙胺;然后进入精馏塔分馏,排除分离出来的水, N, N-二甲氨基丙胺返回反应器继续参与反应;中间产物烷基酰胺叔胺进入压力为 0.001-0.04MPa 的真空闪蒸器以脱除残留的 N, N-二甲氨基丙胺,并使脱除的 N, N-二甲氨基丙胺再次进入精馏塔分馏;脱胺后的烷基酰胺叔胺与第一热交换器输出的物料混合,通过第二热交换器的降温管路换热降温后进入带夹套的季胺化反应器;

2)、溶于水的氯乙酸和液碱通过计量泵进入中和泵中和至 pH 值:7 ~ 9;中和后的物料进入所述的季胺化反应器,与烷基酰胺叔胺进行季胺化反应,反应温度为 60 ~ 120℃,反应时间为 0.5 ~ 5h,反应器压力 < 0.12MPa,得到的烷基酰胺丙基甜菜碱粗产品与静态混合器出来的物料在第一热交换器经过换热降温,进入调整罐调整,得到烷基酰胺丙基甜菜碱产品。

2. 根据权利要求 1 所述的一种连续化生产烷基酰胺丙基甜菜碱的工艺,其特征在于所述步骤 1) 中的脂肪酸或脂肪酸酯包括:烷基碳链碳原子为 8 ~ 22 的任何一种单脂肪酸或脂肪酸甲酯;或上述两种以上的混合物。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的一种连续化生产烷基酰胺丙基甜菜碱的工艺,其特征在于所述步骤 2) 中的中和采用在线 pH 计监控。

## 一种连续化生产烷基酰胺丙基甜菜碱的工艺

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种两性表面活性剂的连续化生产工艺；尤其是烷基酰胺丙基甜菜碱型表面活性剂的连续化生产工艺。

### 背景技术

[0002] 两性表面活性剂是指阴、阳两种离子所组成的表面活性剂，因介质的 pH 值不同而呈现阴离子或阳离子表面活性剂的性质；烷基酰胺丙基甜菜碱是两性表面活性剂工业化产品中的主要一类。烷基酰胺丙基二甲基甜菜碱 (CAB) 除了具有优良的洗涤发泡、增稠性、抗硬水性以及调理性、抗菌、生物降解性外，还具有与皮肤的亲和力好，对皮肤、眼睛的刺激性更小，性能更加温和的特点，自从在 20 世纪 60 年代被研制开发以来，就被应用在与人体皮肤接触的化妆品和个人用品中，特别是婴幼儿洗涤保护用品中应用广泛。

[0003] 目前文献报道的烷基酰胺丙基甜菜碱的合成工艺主要包括两步：1、以油脂或相应的脂肪酸或脂肪酸酯与二甲氨基丙胺缩合反应，得到烷基酰胺叔胺；2、烷基酰胺叔胺与氯乙酸钠季铵化反应得到烷基酰胺丙基甜菜碱。上述的两步工艺在不同的釜式反应器中完成，因此烷基酰胺丙基甜菜碱普遍采用间歇生产的方式。在烷基酰胺丙基甜菜碱的合成方法专利中（申请号：200810052089.0）主要描述在上述两步法合成烷基酰胺丙基甜菜碱的基础上，使用有机溶剂纯化产品，提高产品纯度，降低杂质对产品性能的影响；花王株式会社申请的专利—制备甜菜碱烷基酯混合物的方法（申请号：9912943.6），主要描述在第二步的季铵化反应中，添加特定的长链醇，得到含有长链醇的甜菜碱烷基酯的混合物，该混合物能赋予毛发柔软性、光滑性和油脂感；专利—制备高浓度的可流动的甜菜碱水溶液的方法（申请号：200510125381.7）中描述在第二步的季铵化工艺中，添加一种或多种胶束增稠剂制备甜菜碱含量大于 32% 的高浓度、可流动的甜菜碱水溶液。

[0004] 以上工艺的缺陷是：由于采用间歇生产的方式，产品质量难以保持稳定，生产效率也难以进一步提高；而且能耗较高。

### 发明内容

[0005] 本发明所要解决的技术问题是克服上述背景技术的不足，提供一种连续化生产烷基酰胺丙基甜菜碱的方法；该方法应能实现采用脂肪酸或脂肪酸甲酯合成烷基酰胺丙基甜菜碱的连续化生产，以保证产品质量的稳定、提高生产效率和提高能源利用率，并实现生产自动化控制。

[0006] 本发明提供的技术方案是：一种连续化生产烷基酰胺丙基甜菜碱的工艺，依次通过以下步骤实现：

[0007] 1、脂肪酸或脂肪酸酯与 N, N-二甲氨基丙胺，通过计量泵按 1 : 1.0 ~ 2.0 的摩尔比进入静态混合器混合均匀，静态混合器温度为 20℃ ~ 60℃；接着先后经过加热温度为 40℃ ~ 80℃ 的第一热交换器加热以及第二热交换器中的加热温度为 90℃ ~ 120℃ 的加热管路加热，之后进入反应温度为 140 ~ 180℃ 的带夹套的缩合反应器反应 1 ~ 10h（常压

下),以自然蒸出反应所生成的水和一部分 N,N-二甲氨基丙胺;然后进入精馏塔分馏,排除分离出来的水, N,N-二甲氨基丙胺返回反应器继续参与反应;中间产物烷基酰胺叔胺进入压力为 0.001-0.04MPa 真空闪蒸器以脱除残留的 N,N-二甲氨基丙胺,并使脱除的 N,N-二甲氨基丙胺再次进入精馏塔分馏;脱胺后的烷基酰胺叔胺与第一热交换器输出的物料混合,通过第二热交换器的降温管路换热降温后进入带夹套的季胺化反应器;

[0008] 2、溶于水的氯乙酸和液碱通过计量泵进入中和泵中和至 pH 值:7~9;中和后的物料进入所述的季胺化反应器,与烷基酰胺叔胺进行季胺化反应,反应温度为 60~120℃,反应时间为 0.5~5h,反应器压力<0.12MPa,得到的烷基酰胺丙基甜菜碱粗产品与静态混合器出来的物料在第一热交换器经过换热降温,进入调整罐调整,得到烷基酰胺丙基甜菜碱产品。

[0009] 所述步骤 1 中的脂肪酸或脂肪酸酯包括:烷基碳链碳原子为 8~22 的任何一种单脂肪酸(月桂酸,椰油酸、硬脂酸、棕榈酸等)或脂肪酸甲酯(月桂酸甲酯、肉豆蔻酸甲酯、椰油酸甲酯、棕榈酸甲酯、硬脂酸甲酯等);也包含上述两种或两种以上的混合物。

[0010] 所述步骤 2 中的中和采用在线 pH 计监控。

[0011] 本发明的生产工艺与现有间歇法工艺相比,有以下突出优点及积极效果:

[0012] 1、缩合反应中原料加热和季胺化反应前期升温所需热能来源于缩合反应的产物-烷基酰胺叔胺和季胺化产物——烷基酰胺丙基甜菜碱。生成的水和过量的 N,N-二甲氨基丙胺的混合物直接进入精馏塔分馏,省却了精馏塔加热装置;因此,采用本工艺进行烷基酰胺丙基甜菜碱的生产,热量得到充分利用,极大地提高了能量利用率,降低能耗,每吨产品的能耗下降 30%以上。

[0013] 2、缩合反应的温度较高,采用本连续化工艺,可以避免漫长的升温过程,提高了设备利用率,有利于产能扩大。

[0014] 3、氯乙酸在碱性水溶液不稳定,容易水解,通过氯乙酸和液碱的连续化中和和在线 pH 值监控提高了中和 pH 值控制的精度,有利于中和摩尔比的控制,有效防止氯乙酸的碱性分解,提高原料的利用率,原料的利用率提高 5%以上;还可以避免间歇中和时,由于放热产生温度峰值的放大效应。

[0015] 4、本工艺采用连续化生产,可实现自动化控制,提高生产效率同时提高产品品质。

## 附图说明

[0016] 图 1 是本发明所述的烷基酰胺丙基甜菜碱的连续化工艺流程示意图。

[0017] 图中标号为:1-中和泵;2-季胺化反应器;3-静态混合器;4-第一热交换器;5-第二热交换器;6-缩合反应器;7-真空闪蒸器;8-精馏塔;a-氯乙酸;b-液碱;c-脂肪酸或脂肪酸酯;d-N,N-二甲氨基丙胺;e-水或甲醇;f-烷基酰胺丙基甜菜碱。

## 具体实施方式

[0018] 由图可知,本发明所述的连续化生产工艺的工作过程为:脂肪酸或脂肪酸酯与 N,N-二甲氨基丙胺按一定比例进入静态混合器 3,先后经过第一热交换器 4 加热、第二热交换器 5 的加热管路换热升温,最后进入缩合反应器 6 反应 1~10h,(常压下),缩合得到的烷基酰胺丙基进入真空闪蒸器 7 脱出过量的 N,N-二甲氨基丙胺,再经过第二热交换器 5 的降

温管路降温后进入季铵化反应器 2 中,与经过中和的氯乙酸钠(氯乙酸和液碱中和后的物料)进行反应得到粗的烷基酰胺丙基甜菜碱,通过第一热交换器降温后再进入调整罐调整得到成品。缩合反应器 6 中生成的水(或醇)及携带一部份 N,N-二甲氨基丙胺和真空闪蒸器 7 脱出的 N,N-二甲氨基丙胺均进入精馏塔 8,经过分馏后 N,N-二甲氨基丙胺返回缩合反应器 6,水(或醇)冷凝回收。

[0019] 上述连续化生产的开始阶段,缩合反应需要保持较高的摩尔比,以确保精馏塔中有足够的物料回流,此后,生产连续化进行,可根据产能降低摩尔比,减少物料损耗。

[0020] 下面结合实施例对本发明做进一步说明,但本发明不局限于下述实施例。

[0021] 实施例 1:以椰油酸为原料连续化生产椰油基酰胺丙基甜菜碱

[0022] 椰油酸 220kg/h, N,N-二甲氨基丙胺 173kg/h 进入静态混合器中,经过第一热交换器混合物料温度 52℃,再通过第二热交换器进一步升温到 108℃,然后进入缩合反应器,通过夹套油浴(夹套油浴温度 170℃)升温到 162℃(常压下),在反应器停留 3h 后,以 350kg/h 进入真空闪蒸器(压力 0.03MPa),脱胺后物料经过第二热交换器降温到 93℃后进入季铵化反应器,在 95℃反应 2h 后,经过第一热交换器降温到 52℃进入调整罐调整,得到成品。本实施例条件下,椰油基酰胺丙基甜菜碱产能为 1100kg/h。

[0023] 实施例 2:十二酸甲酯为原料连续化生产月桂基酰胺丙基甜菜碱

[0024] 十二酸甲酯 320kg/h, N,N-二甲氨基丙胺 150kg/h 进入静态混合器中,经过第一热交换器混合物料温度 58℃,再通过第二热交换器后进一步升温到 97℃,然后进入缩合反应器,通过夹套油浴(夹套油浴温度 160℃)升温到 155℃(常压下),在反应器停留 2h 后,以 370kg/h 进入真空闪蒸器(压力 0.01MPa),脱胺后物料经过第二热交换器降温到 87℃后进入季铵化反应器,在 90℃反应 2h 后,进入第一热交换器降温到 60℃,进入调整罐调整,得到成品。本实施例条件下,椰油基酰胺丙基甜菜碱产能为 2000kg/h。

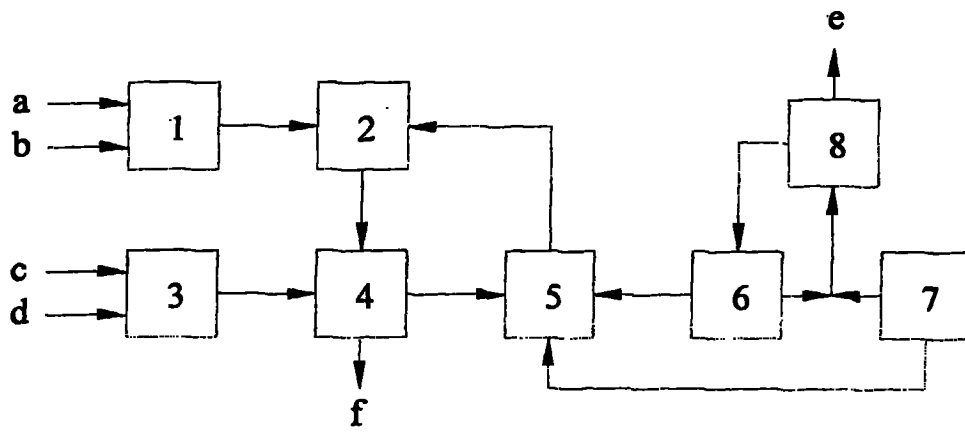


图 1