



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 109651182 B

(45) 授权公告日 2021.09.07

(21) 申请号 201910130583.2

C01C 1/16 (2006.01)

(22) 申请日 2019.02.21

C01C 1/02 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 109651182 A

(56) 对比文件

CN 108218089 A, 2018.06.29

CN 103011484 A, 2013.04.03

CN 108218089 A, 2018.06.29

CN 101538269 A, 2009.09.23

CN 108658374 A, 2018.10.16

CN 107573252 A, 2018.01.12

(43) 申请公布日 2019.04.19

(73) 专利权人 湖北泰盛化工有限公司

地址 443007 湖北省宜昌市猇亭区猇亭大道66-1号

杨春光,等.从生产甘氨酸废水中回收氯化铵工艺研究.《无机盐工业》.2003,

Limin Yang,等.Synthesis of glycine using two-step reaction approach in alcohol and its purification.《Advanced Materials Research》.2011,

(72) 发明人 彭春雪 郝晓斌 刘三六 李跃军
马万志 覃华龙 喻飞 张凯

(74) 专利代理机构 宜昌市三峡专利事务所

42103

代理人 成钢

审查员 张勇

(51) Int. Cl.

C07C 227/40 (2006.01)

C07C 229/08 (2006.01)

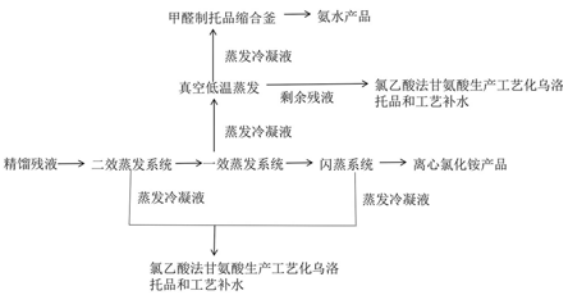
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

一种氯化铵生产废水的清洁处理方法

(57) 摘要

本发明涉及一种氯化铵生产废水的清洁处理方法。具体步骤为:氯化铵分离提纯过程中,精馏甲醇后残液分别经过二效蒸发系统、一效蒸发系统和减压闪蒸系统,将二效蒸发系统和减压闪蒸系统得到高氨氮和高COD含量的冷凝水直接回用到氯乙酸法甘氨酸生产工艺中。将一效蒸发系统得到的水通过真空低温蒸发系统处理,得到的低氨氮冷凝水用作工业级氨水生产原材料,余残液直接回用到氯乙酸法甘氨酸生产工艺中。该方法设备投资小,蒸发冷凝水处理无害化,节能环保,适用于氯乙酸法甘氨酸生产工艺。



1. 一种氯化铵生产废水的清洁处理方法, 其特征在于: 具体步骤如下:

(1) 在氯化铵分离提纯过程中, 精馏甲醇后残液分别经过二效蒸发系统、一效蒸发系统和减压闪蒸系统后, 得到三种不同的蒸发冷凝液, 二效蒸发系统和减压闪蒸系统的蒸发冷凝液直接返回氯乙酸法甘氨酸生产系统, 一效蒸发系统的蒸发冷凝液进行真空低温蒸发系统处理, 二效蒸发系统: 一效蒸发系统: 闪蒸蒸发系统内所用的水量之比为=3:5-6:1-2, 一效蒸发系统中的温度控制为100-130℃, 真空度控制为-0.02 ~ -0.08Mpa, 所产生的一效蒸发冷凝液温度控制到50-75℃, 精馏甲醇后的残液包含1.6-1.8%的甲醇, 5-7%的乌洛托品, 27-30%的氯化铵, 62-66%的水;

(2) 步骤(1)中进行真空低温蒸发系统处理得到的低氨氮水直接用缩合釜生产氨水, 剩余残液返回氯乙酸法的甘氨酸系统。

2. 根据权利要求1所述的氯化铵生产废水的清洁处理方法, 其特征在于: 步骤(1)中一效蒸发冷凝液, 通过真空低温蒸发, 控制温度为一效蒸发冷凝液进水温度50-75℃, 真空度为-0.05~ -0.1Mpa。

3. 根据权利要求1所述的氯化铵生产废水的清洁处理方法, 其特征在于: 步骤(2)进行真空低温蒸发系统处理的低氨氮水直接用缩合釜生产氨水, 温度控制为30-50℃, 剩余残液返回氯乙酸法的甘氨酸系统。

4. 根据权利要求1所述的氯化铵生产废水的清洁处理方法, 其特征在于: 步骤(2)二效蒸发系统的蒸发冷凝液与闪蒸系统的蒸发冷凝液以质量比为3:1-2进行混合后, 用于生产甘氨酸。

一种氯化铵生产废水的清洁处理方法

技术领域

[0001] 本发明属于氯乙酸法甘氨酸生产技术领域,特别是涉及一种氯化铵生产废水的清洁处理方法。

背景技术

[0002] 目前,氯化铵的分离提纯技术采用公开号为CN1033303942A、名称为“一种从甘氨酸母液中回收氯化铵的方法及设备”的发明专利,主要是精馏甲醇后残液分别经过二效蒸发系统、一效蒸发系统和减压闪蒸系统后,经离心机离心得到氯化铵产品和氯化铵分离过程中的蒸发冷凝液。因氯化铵蒸发冷凝液成分复杂,高氨氮和高COD,目前无经济及环保的处理方法及技术。

[0003] 公开号为CN107573252A、名称为“一种氯乙酸生产甘氨酸过程中废水回收利用的方法”的发明专利,利用氯化铵分离提纯过程中冷凝水组分的差异性,回用到甘氨酸合成的不同工序中,因长时间回用后,对甘氨酸生产工艺控制和品质波动性较大,为了平衡甘氨酸工艺及品质,对氯化铵分离提纯过程中冷凝水回用量有所控制,无端增加氯化铵分离过程中的蒸发冷凝液处理成本。

[0004] 公开号为CN108658374A、名称为“一种甘氨酸生产废水的清洁处理方法”的发明专利,利用盐酸调节氯化铵母液,将一、二蒸发冷凝液直接回用到甘氨酸生产工序,闪蒸冷凝液进行低温蒸发系统,蒸发液经膜处理和生化处理排放,剩余残液回到甘氨酸生产工艺。该法经过膜处理及生化处理,存在投资成本大,处理费用高等缺点。

发明内容

[0005] 为了克服现有技术的不足,本发明提供了一种氯化铵生产废水的清洁处理方法,在氯化铵分离提纯过程中,精馏甲醇后残液分别经过二效蒸发系统、一效蒸发系统和减压闪蒸系统后,一部分冷凝液会用到氯乙酸法甘氨酸生产系统,一部分冷凝液经真空低温蒸发系统后,低氨氮冷凝水用作工业级氨水生产原材料,余残液直接回用到氯乙酸法甘氨酸生产工艺中,实现清洁生产。

[0006] 本发明的实现,包括以下步骤:

[0007] (1)在氯化铵分离提纯过程中,甘氨酸生产精馏甲醇后残液分别经过二效蒸发系统、一效蒸发系统和减压闪蒸系统后,得到三种不同的蒸发冷凝液,二效蒸发系统和减压闪蒸系统的蒸发冷凝液直接返回氯乙酸法甘氨酸生产系统作催化剂乌洛托品化料水或甘氨酸合成工艺补水。二效蒸发系统:一效蒸发系统:闪蒸蒸发系统内所用的水量之比为3:5-6:1-2。

[0008] (2)氯化铵母液经过一效蒸发系统时,一效蒸发系统内的加热器温度控制到100-130℃,真空度控制到-0.02- -0.08Mpa,所产生一效蒸发冷凝液温度控制到50-75℃。二效蒸发系统的蒸发冷凝液与闪蒸系统的蒸发冷凝液以质量比为3:1-2进行混合后,用于生产甘氨酸。

[0009] (3)将一效蒸发冷凝液,通过真空低温蒸发,控制温度为一效蒸发冷凝液进水温度50-75℃,真空度为-0.05- -0.1Mpa。得到低氨氮的蒸发液和剩余残液。剩余残液直接返回氯乙酸法甘氨酸生产系统作催化剂乌洛托品化料水或甘氨酸合成工艺补水。

[0010] (4)低氨氮的蒸发液用泵输送至甲醛制托品缩合釜生产氨水,反应温度控制到30-50℃,通过测反应液比重延长通氨时间,得到1%-38%氨水。

[0011] 一、本方法有如下优点:

[0012] (1)解决氯化铵蒸发冷凝液长时间回用后,甘氨酸生产用水量不平衡问题,实现氯乙酸法甘氨酸清洁生产。

[0013] 以前甘氨酸生产所有水量为清水,所产生的废水除少量用于乌洛托品配制外,其他废水去污水处理厂;现在所有废水回用以后,为了保证甘氨酸生产的合格率和收率(水多加能保证甘氨酸生产的合格率,但甘氨酸收率会因为水的多加而下降,所以加水量要保证一个平衡),甘氨酸生产工艺用水是一定量的,每天除了回用的废水量,都有废水总量富余,就相当于用废水富余的水量做氨水,甘氨酸生产用水量就能保持平衡。1吨甘氨酸产废水量为1.33吨,1吨甘氨酸回用的于化乌洛托品和工艺用水量为1.16吨,1吨甘氨酸富余废水量为0.17吨。

[0014] (2)本法具有工艺及设备简单,投资成本少,废水处理成本低,经过处理的废水一部分用来生产工业级氨水外卖。

[0015] 本发明的技术方案中,精馏甲醇后的残液包含1.6-1.8%左右甲醇,5-7%左右

[0016] 的乌洛托品,27-30%左右的氯化铵,62-66%左右的水,因此二效蒸发水量:一效蒸发水量:闪蒸蒸发水量=3:5-6:1-2。

[0017] 二效蒸发系统主要蒸发出来的水含量有0.8-1%左右的甲醇,不适用于做氨水,

[0018] 用作工艺补水。一效蒸发系统主要蒸发出来的水2-3%左右的乌洛托品,氨氮有9000ppm左右,经过低温闪蒸后得到氨氮低于100PPm的水,低温闪蒸水做氨水,低温闪蒸剩下的水用作乌洛托品化料和生产工艺用水。

[0019] 闪蒸系统的水氨氮有4000ppm左右,温度较低不利于继续低温蒸发,直接用

[0020] 于乌洛托品化料和生产工艺用水。

[0021] 二效蒸发系统与闪蒸系统的混合液用于生产甘氨酸,因为水质氨氮含量较低

[0022] 且能回收一定量的甲醇,两个混合的比例大约为3:1-2,对甘氨酸纯度无影响,湿粉甘氨酸的含量为95%以上,还有5%左右的水分和甲醇,大量使用废水后,工艺用水量增加,用水量增多从水中带走的甘氨酸增加,甘氨酸收率由原来的85%降低到现在的83%。

[0023] 因为一效蒸发系统水量大且蒸发出来的水温较高(一效加热器在120℃,蒸

[0024] 发出来的冷凝水60℃左右,其他蒸发出来的冷凝水水温50℃以下),低温真空蒸发以后剩余溶液可以提高乌洛托品的含量由原来3%提高到6%左右,有利于配制乌洛托品的浓度。得到氨水的颜色为白色透明液体,溶度为20%以上(其他指标未检测),氨水主要应用于燃煤的脱硝工艺。因此采用一效蒸发系统进行低温真空蒸发,并用于生产氨水产品。

附图说明

[0025] 图1为氯化铵生产废水的清洁处理工艺流程图。

具体实施例

[0026] 实施例1

[0027] 生产120吨甘氨酸会产生1560m³甲醇母液,其中工艺用水量为140m³(化乌洛托品用水和工艺补水量的总和),经甘氨酸生产精馏甲醇后残液量为230m³母液,分别经过二效蒸发系统、一效蒸发系统和减压闪蒸系统后,一效加热器温度控制到115℃,真空度控制到-0.06Mpa,所产生一效蒸发冷凝液温度为60℃,水量为80.53m³。二效蒸发系统和减压闪蒸系统的蒸发冷凝液量为72.27m³,其他水量均7.2m³在氯化铵产品中。将一效蒸发冷凝液温度为60℃,水量为80.53m³,通过真空低温蒸发,真空度控制为-0.095Mpa,低温蒸发的水量为34.52m³,剩余量为46.01m³。将低温蒸发水用泵输送至甲醛制托品缩合釜生产氨水,反应温度控制到41-45℃,得到20.2%氨水。

[0028] 实施例2

[0029] 生产120吨甘氨酸会产生1560m³甲醇母液,其中工艺用水量为140m³(化乌洛托品用水和工艺补水量的总和),经甘氨酸生产精馏甲醇后残液量为230m³母液,分别经过二效蒸发系统、一效蒸发系统和减压闪蒸系统后,一效加热器温度控制到120℃,真空度控制到-0.08Mpa,所产生一效蒸发冷凝液温度为65℃,水量为86.2m³。二效蒸发系统和减压闪蒸系统的蒸发冷凝液量为66.6m³,其他水量均7.2m³在氯化铵产品中。将一效蒸发冷凝液温度为65℃,水量为86.2m³,通过真空低温蒸发,真空度控制为-0.095Mpa,低温蒸发的水量为45.4m³,剩余量为40.8m³。将低温蒸发水用泵输送至甲醛制托品缩合釜生产氨水,反应温度控制到38-43℃,得到21.4%氨水。

[0030] 实施例3

[0031] 生产120吨甘氨酸会产生1560m³甲醇母液,其中工艺用水量为140m³(化乌洛托品用水和工艺补水量的总和),经甘氨酸生产精馏甲醇后残液量为230m³母液,分别经过二效蒸发系统、一效蒸发系统和减压闪蒸系统后,一效加热器温度控制到130℃,真空度控制到-0.08Mpa,所产生一效蒸发冷凝液温度为75℃,水量为82.55m³。二效蒸发系统和减压闪蒸系统的蒸发冷凝液量为74.85m³,其他水量均7.2m³在氯化铵产品中。将一效蒸发冷凝液温度为55℃,水量为82.55m³,通过真空低温蒸发,真空度控制为-0.05Mpa,低温蒸发的水量为30.52m³,剩余量为42.8m³。将低温蒸发水用泵输送至甲醛制托品缩合釜生产氨水,反应温度控制到40-43℃,得到24.6%氨水。

[0032] 实施例4

[0033] 生产120吨甘氨酸会产生1560m³甲醇母液,其中工艺用水量为140m³(化乌洛托品用水和工艺补水量的总和),经甘氨酸生产精馏甲醇后残液量为230m³母液,分别经过二效蒸发系统、一效蒸发系统和减压闪蒸系统后,一效加热器温度控制到125℃,真空度控制到-0.02Mpa,所产生一效蒸发冷凝液温度为50℃,水量为88m³。二效蒸发系统和减压闪蒸系统的蒸发冷凝液量为68.35m³,其他水量均7.2m³在氯化铵产品中。将一效蒸发冷凝液温度为60℃,水量为88.5m³,通过真空低温蒸发,真空度控制为-0.08Mpa,低温蒸发的水量为42.35m³,剩余量为41.5m³。将低温蒸发水用泵输送至甲醛制托品缩合釜生产氨水,反应温度控制到39-42℃,得到22.7%氨水。

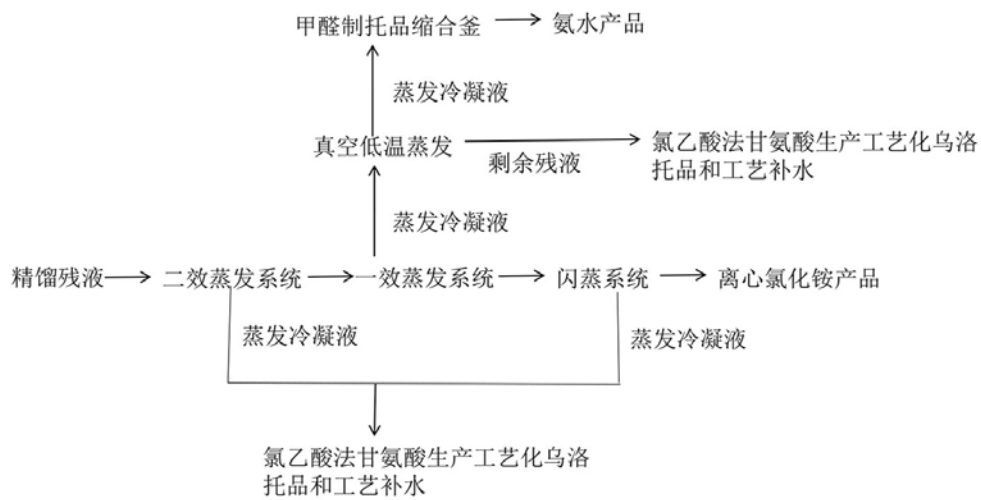


图1