

Junhua); 中国浙江省绍兴市杭州湾上虞经济技术开发区纬五路32号, Zhejiang 312369 (CN)。 邱贵生(QIU, Guisheng); 中国浙江省绍兴市新昌县大道西路418号, Zhejiang 312500 (CN)。

- (74) 代理人: 杭州华进联浙知识产权代理有限公司 (HANGZHOU HUAJIN LIANZHE INTELLECTUAL PROPERTY AGENCY CO., LTD.); 中国浙江省杭州市滨江区滨盛路1508号海亮大厦2104-2105室, Zhejiang 310051 (CN)。
- (81) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, IT, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW。
- (84) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

本国际公布:
— 包括国际检索报告(条约第21条(3))。

连续式氨解反应系统、牛磺酸碱金属盐及牛磺酸的制备方法

相关申请

[001] 本申请要求 2019 年 12 月 27 日申请的，申请号为 201911380161.7，发明名称为“连续式氨解反应系统、牛磺酸碱金属盐及牛磺酸的制备方法”的中国专利申请的优先权，其全部内容通过引用结合在本申请中。

技术领域

[002] 本申请涉及牛磺酸技术领域，特别是涉及连续式氨解反应系统、牛磺酸碱金属盐及牛磺酸的制备方法。

背景技术

[003] 牛磺酸又称β-氨基乙磺酸，是一种含硫的非蛋白氨基酸，广泛应用于医药、食品添加剂、荧光增白剂、有机合成等领域，制备方法包括环氧乙烷法、牛磺酸铵法、一乙醇胺法和乙醇法等。

[004] 其中，环氧乙烷法是当前牛磺酸的主要制备方法，而环氧乙烷法中，研究最多的是氨解反应，主要是因为：第一、羟乙基磺酸钠在高温高压的反应体系下进行氨解反应时容易产生二牛磺酸钠等副产物，严重影响目标产物牛磺酸钠的收率和羟乙基磺酸钠的转化率；第二、二牛磺酸钠等副产物和残留的羟乙基磺酸钠，由于在水中溶解度较大，经酸化、分离工艺后大多仍留在母液中，如何处理母液中的羟乙基磺酸钠、二牛磺酸钠等副产物、硫酸钠成为棘手的问题。

[005] 氨解反应方程式：



[006] 间歇釜式工艺是当前较普遍采用的工业化氨解操作方式，该方法技术成熟可靠，运行稳定，反应收率在 77%-80% 左右。但存在的其不足之处是：1、为保证牛磺酸钠收率和选择性，反应体系中氨要远远过量，使投入氨化釜内的羟乙基磺酸钠与氨，二者摩尔比在 1:(10-30) 之间。2、随着氨化反应的进行，物料中氨和羟乙基磺酸钠的浓度逐渐减少，反应推动力变小，需要维持较长的反应时间，降低了生产效率。3、间歇釜式工艺单批次产量低、生产周期长。

且间歇式生产，能耗高、效率低，设备产能小，回收氨量大、氨耗高。

[007] 传统技术中也有将高压反应釜间歇操作生产方法改造为管道化连续操作，如朱圣东在《化工科技》2001年第9卷第3期中公开了牛磺酸氨化反应管道化技术，该工艺是将25%的氨水溶液与35%的羟基磺酸钠水溶液及少量的催化剂混合后，由贮罐经高压耐蚀泵加压到18MPa-20MPa，然后经预热器升温至280℃，进入管式反应器，在管式反应器内反应30min，反应后的物料连续流出，降压、闪蒸处理得到氨解产物。管道化连续操作具有生产能力强、工艺周期短、良好的稳定性等特点，但该方法操作条件苛刻，设备不仅要承受较高的操作温度，而且要承受流体的高压载荷，还伴有氨水等腐蚀介质的冲刷。同时，由于反应停留时间短，使压力、温度反应过高，物料结焦严重。另外，系统热利用率低，前期要将物料升温至100-200℃再进行反应，反应释放热需要移出。

发明内容

[008] 根据本申请的各种实施例，提供一种连续式氨解反应系统、牛磺酸碱金属盐及牛磺酸的制备方法。该连续式氨解反应系统，包括：

高压反应装置，所述高压反应装置包括n台氨化高压釜， $n \geq 2$ ，第1台所述氨化高压釜至第n台所述氨化高压釜依次串联，所述氨化高压釜为氨解反应的容器，所述氨解反应采用氨作为氨化剂，第1台所述氨化高压釜连接有进料装置，第1台所述氨化高压釜至第n台所述氨化高压釜均连接有第一进料管，每一所述氨化高压釜均连接有第二进料管；

缓冲装置，所述缓冲装置与第n台所述氨化高压釜连接，用于接收第1台至第n台所述氨化高压釜中氨解反应后的混合物料；

闪蒸装置，所述闪蒸装置与所述缓冲装置连接，用于接收所述缓冲装置中的所述混合物料并通过闪蒸得到氨解产物。

[009] 上述连续式氨解反应系统中，将用于间歇反应的多台氨化高压釜进行串联，多台氨化高压釜同时用于氨解反应时，既能保证与釜式间歇反应相应的压力、温度及停留时间，又能达到管道式连续反应的产能。而且，上述连续式氨解反应系统中，进料装置用于加料和开始反应，第一进料管用于补充氨解反应过程中消耗的氨，第二进料管用于向氨化高压釜提供氨解反应中的待反应原料，如羟乙基磺酸碱金属盐等，从而，可以通过进料装置、第一进料管和第二进料管使每一氨解反应过程中氨与待反应原料的摩尔比达到极大值，抑制副反应的发生，进而能够提高目标产品的收率和原料的转化率。

[010] 在其中一个实施例中，所述进料装置用于引入氨解反应的氨源，所述第一进料管用于

补充氨解反应过程中消耗的氨，所述第二进料管用于提供氨解反应所需的待反应原料。

[011] 在其中一个实施例中，所述连续式氨解反应系统还包括有氨回收装置，所述氨回收装置与所述闪蒸装置连接，所述氨回收装置用于回收所述闪蒸装置中的氨，得到回收氨。

[012] 在其中一个实施例中，所述氨回收装置还与所述进料装置连接，以将所述回收氨输送至所述进料装置。

[013] 在其中一个实施例中，所述连续式氨解反应系统还包括有调整装置，所述调整装置串联于第 n 台所述氨化高压釜，所述缓冲装置串联于所述调整装置，所述调整装置为氨解反应的容器。

[014] 在其中一个实施例中，所述调整装置连接有第一进料管。

[015] 一种牛磺酸碱金属盐的制备方法，所述制备方法采用上述的连续式氨解反应系统，所述制备方法包括以下步骤：

(1) 通过所述进料装置向第 1 台所述氨化高压釜中提供氨水，以使串联的每一所述氨化高压釜均充有氨水；

(2) 在反应温度和反应压力下，通过所述进料装置向第 1 台所述氨化高压釜提供氨水，通过所述第一进料管向第 1 台所述氨化高压釜至第 n 台所述氨化高压釜提供氨源，通过所述第二进料管向每一所述氨化高压釜提供羟乙基磺酸碱金属盐溶液，以使每一所述氨化高压釜均进行氨解反应并使反应液以串联的顺序进入所述缓冲装置中，得到混合物料；

(3) 所述缓冲装置与第 n 台所述氨化高压釜的压力平衡后，停止所述进料装置向第 1 台所述氨化高压釜提供氨水，停止所述第一进料管向第 1 台所述氨化高压釜至第 n 台所述氨化高压釜提供氨源，停止所述第二进料管向每一所述氨化高压釜提供羟乙基磺酸碱金属盐溶液，并使所述缓冲装置中的混合物料进入所述闪蒸装置中；

(4) 所述闪蒸装置与所述缓冲装置的压力平衡后，使所述缓冲装置中的混合物料停止进入所述闪蒸装置中；

(5) 将所述闪蒸装置中的混合物料降压闪蒸，得到氨解产物，所述氨解产物包括牛磺酸碱金属盐。

[016] 使用本申请的连续式氨解反应系统制备牛磺酸碱金属盐时，羟乙基磺酸碱金属盐通过第二进料管进入系统，系统中羟乙基磺酸碱金属盐的瞬时浓度低，使氨与羟乙基磺酸碱金属盐的反应摩尔比达到极大值，可大幅度降低二牛磺酸碱金属盐等副产物的产生，使牛磺酸碱金属盐的收率达到 90% 以上，羟乙基磺酸碱金属盐的转化率超过 95%。而且，工艺安全稳定，

产品组成成分稳定，再现性高。

[017] 在其中一个实施例中，步骤(1)中，所述氨化高压釜中氨水的体积为所述氨化高压釜的体积的 60%-90%。

[018] 在其中一个实施例中，步骤(2)中，所述氨源包括液氨。

[019] 在其中一个实施例中，步骤(2)中，所述进料装置向第 1 台所述氨化高压釜提供氨水的速度为 $6.0\text{m}^3/\text{h}$ - $10.0\text{m}^3/\text{h}$ ，所述第一进料管向第 1 台所述氨化高压釜至第 n 台所述氨化高压釜提供氨源的速度均为 $0.1\text{m}^3/\text{h}$ - $0.2\text{m}^3/\text{h}$ ，所述第二进料管向每一所述氨化高压釜提供羟乙基磺酸碱金属盐溶液的速度均为 $0.1\text{m}^3/\text{h}$ - $0.3\text{m}^3/\text{h}$ 。

[020] 在其中一个实施例中，步骤(2)中，所述第二进料管向每一所述氨化高压釜提供羟乙基磺酸碱金属盐溶液的方式为滴加。

[021] 在其中一个实施例中，步骤(2)中，每一所述氨化高压釜均进行氨解反应并使反应液以串联的顺序进入所述调整装置，再通过所述调整装置进入所述缓冲装置，得到混合物料。

[022] 在其中一个实施例中，步骤(2)中，还包括通过所述第一进料管以连续式或者间歇式的方式向所述调整装置提供氨源。

[023] 在其中一个实施例中，步骤(5)中，还通过所述氨回收装置回收降压闪蒸后的氨，得到回收氨。

[024] 在其中一个实施例中，所述回收氨提供至所述进料装置。

[025] 在其中一个实施例中，在进行步骤(5)时，重新开始步骤(2)。

[026] 一种牛磺酸的制备方法，所述制备方法包括所述牛磺酸碱金属盐的制备方法，以及

(6) 将所述氨解产物进行酸化，分离，得到固体产物和母液；

(7) 将所述固体产物结晶，得到牛磺酸。

[027] 将使用本申请的连续式氨解反应系统制备得到的氨解产物继续制备牛磺酸时，氨解产物中主要为牛磺酸碱金属盐，羟乙基磺酸碱金属盐、二牛磺酸碱金属盐和三牛磺酸碱金属盐含量极低，所以，分离得到母液后可以不用对母液进行循环套用，简化了工艺，进而使工艺更加安全、稳定、可靠。

[028] 在其中一个实施例中，还包括销毁步骤(6)中所述母液。

附图说明

[029] 为了更好地描述和说明这里公开的那些发明的实施例和/或示例，可以参考一幅或多幅附图。用于描述附图的附加细节或示例不应当被认为是对所公开的发明、目前描述的实施例和/或示例以及目前理解的这些发明的最佳模式中的热河一者的范围的限制。

[030] 图 1 为本申请的连续式氨解反应系统示意图。

[031] 图 2 为本申请的牛磺酸生产工艺示意图。

[032] 图中：10、进料装置；20、高压反应装置；30、缓冲装置；40、闪蒸装置；50、氨回收装置；60、第一进料管；70、第二进料管；80、酸化装置；90、分离装置；100、母液回收装置；110、焚烧炉；120、结晶装置；130、调整装置；200、氨化高压釜。

具体实施方式

[033] 以下将对本申请提供的连续式氨解反应系统、牛磺酸碱金属盐及牛磺酸的制备方法作进一步说明。

[034] 请参照图 1，为本申请提供的连续式氨解反应系统，所述连续式氨解反应系统用于进行氨解反应生成目标产品，提高目标产品的收率和待反应原料的转化率，以及提高工艺的产能、安全性、稳定性和可靠性。

[035] 在一个或多个实施例中，所述连续式氨解反应系统包括依次串联连接的高压反应装置 20、缓冲装置 30 和闪蒸装置 40。

[036] 其中，所述高压反应装置 20 包括 n 台氨化高压釜 200，第 1 台所述氨化高压釜 200 至第 n 台所述氨化高压釜 200 依次串联，所述氨化高压釜 200 为氨解反应的容器，所述氨解反应采用氨作为氨化剂。从而，多台串联的氨化高压釜 200 同时用于氨解反应时，既能保证与釜式间歇反应相应的压力、温度及维持时间，又能达到管道式连续反应的产能。而且，由于多台氨化高压釜 200 串联构成了一台超大容积的高压反应器，利用连续反应的产能优势，可以延长待反应原料的停留时间，使待反应原料能够充分反应，并降低对反应条件的要求。

[037] 在高压反应装置 20 中，2 台及以上的氨化高压釜 200 进行串联即可满足使用的需求，即 $n \geq 2$ 。而考虑到连续反应的产能以及目标产品的收率和原料的转化率，优选 3 台-8 台的氨化高压釜 200 串联使用，更优选 6 台氨化高压釜 200 串联使用。

[038] 在一个或多个实施例中，所述氨化高压釜的体积为 0.5m^3 - 5m^3 。

[039] 在一个或多个实施例中，第 1 台所述氨化高压釜 200 连接有进料装置 10，第 1 台所述氨化高压釜 200 至第 n 台所述氨化高压釜 200 均连接有第一进料管 60，每一所述氨化高压釜 200 均连接有第二进料管 70。

[040] 其中，所述进料装置 10 用于引入氨解反应的氨源，如氨水，所述第一进料管 60 用于补充氨解反应过程中消耗的氨，如液氨，所述第二进料管 70 用于提供氨解反应所需的待反应原料，如羟乙基磺酸碱金属盐等，从而，可以通过进料装置 10、第一进料管 60 和第二进料管 70 的精确控制使每一氨解反应过程中氨与待反应原料的摩尔比达到极大值，进而提高目标产品的收率和待反应原料的转化率。

[041] 在一个或多个实施例中，所述缓冲装置 30 与第 n 台所述氨化高压釜 200 连接，用于接收第 1 台至第 n 台所述氨化高压釜 200 中氨解反应后的混合物料。第 1 台所述氨化高压釜 200 至第 n 台所述氨化高压釜 200 之间压力相差很小，从而，可以利用第 n 台所述氨化高压釜 200 与所述缓冲装置 30 之间的压力差，使得所述氨化高压釜 200 中反应液按串联的顺序流动，进入缓冲装置 30 中。因而，可以通过缓冲装置 30 控制氨化高压釜 200 中的进出料，提高连续式氨解反应系统的安全性，使得本申请连续式氨解反应系统可以连续运转，以实现连续化生产。

[042] 由于第 n 台所述氨化高压釜 200 与所述缓冲装置 30 之间的压力差会使得未反应的氨源或者未完全反应的反应液提前进入缓冲装置 30 中，所以，所述缓冲装置 30 还设有排料管，用于排除收集到的欠佳的混合物料。

[043] 在具体使用时，待氨化高压釜 200 中的氨解反应进行一定时间后或者氨解反应稳定后，开启缓冲装置 30 的排料管排除收集到的欠佳的混合物料，然后关闭排料管进行重新收集，得到混合物料。

[044] 在一个或多个实施例中，所述闪蒸装置 40 与所述缓冲装置 30 连接，用于接收所述缓冲装置 30 中的所述混合物料并用于闪蒸得到氨解产物。

[045] 在具体使用时，当缓冲装置 30 与第 n 台氨化高压釜 200 的压力平衡后，缓冲装置 30 的进料阀关闭，出料阀开启，缓冲装置 30 中的混合物料利用压力差进入闪蒸装置 40 中，此时，停止氨化高压釜 200 的进料以暂停氨解反应的进行。当缓冲装置 30 与闪蒸装置 40 的压力平衡后，将缓冲装置 30 的出料阀关闭、进料阀开启，此时，重新开启氨化高压釜 200 的进料以使氨解反应重新进行，依此不断循环，实现连续化生产。

[046] 在一个或多个实施例中，缓冲装置 30 的进料阀和出料阀可以利用自动切断阀进行自动控制。

[047] 混合物料在所述闪蒸装置 40 中闪蒸时，除了得到氨解产物还得到过量的氨。在一个或多个实施例中，所述连续式氨解反应系统还包括有氨回收装置 50，所述氨回收装置 50 与所述闪蒸装置 40 连接，所述氨回收装置 50 用于回收所述闪蒸装置 40 中的氨，得到回收氨，所述回收氨可以为液氨，也可以为氨水。

[048] 在一个或多个实施例中，所述氨回收装置 50 还与所述进料装置 10 连接，以将所述回收氨输送至所述进料装置 10 循环使用，以减少氨水的额外补充和液氨的使用，降低生产成本。

[049] 本申请连续式氨解反应系统在使用时，每台氨化高压釜 200 的反应时间由所串联的氨化高压釜 200 的台数、体积大小和原料的流速决定，每台氨化高压釜 200 中都在不断的进行氨解反应，可以使上一台氨化高压釜 200 中未反应完毕的待反应原料利用出料的时间完全反应，直到第 n 台氨化高压釜 200 中的待反应原料完全反应，出料至缓冲装置 30 中得到混合物料。

[050] 当第 n 台氨化高压釜 200 中具有未反应完毕的待反应原料时，这些未反应完毕的待反应原料无法利用出料的时间完成反应。所以，为了保证第 n 台氨化高压釜 200 中的待反应原料能够完全反应，可以降低第 n 台氨化高压釜 200 中的待反应原料的进入量。

[051] 或者，所述连续式氨解反应系统还包括有调整装置 130，所述调整装置 130 串联于第 n 台所述氨化高压釜 200，所述缓冲装置 30 串联于所述调整装置 130，所述调整装置 130 为氨解反应的容器，使第 n 台氨化高压釜 200 中未反应完毕的待反应原料在调整装置 130 中完成反应。

[052] 为了使第 n 台氨化高压釜 200 中未反应完毕的待反应原料能够在调整装置 130 中完成反应，所述调整装置 130 还连接有第一进料管 60，用于向所述调整装置 130 补充氨解反应过程中消耗的氨。

[053] 请继续参照图 1，本申请还提供一种牛磺酸碱金属盐的制备方法，所述制备方法采用上述的连续式氨解反应系统，所述制备方法包括以下步骤：

(1) 通过所述进料装置 10 向第 1 台所述氨化高压釜 200 中提供氨水，以使串联的每一所述氨化高压釜 200 均充有氨水；

(2) 在反应温度和反应压力下，通过所述进料装置 10 向第 1 台所述氨化高压釜 200 提供

氨水，通过所述第一进料管 60 向第 1 台所述氨化高压釜 200 至第 n 台所述氨化高压釜 200 提供氨源，通过所述第二进料管 70 向每一所述氨化高压釜 200 提供羟乙基磺酸碱金属盐溶液，以使每一所述氨化高压釜 200 均进行氨解反应并使反应液以串联的顺序进入所述缓冲装置 30 中，得到混合物料；

(3) 所述缓冲装置 30 与第 n 台所述氨化高压釜 200 的压力平衡后，停止所述进料装置 10 向第 1 台所述氨化高压釜提供氨水，停止所述第一进料管 60 向第 1 台所述氨化高压釜 200 至第 n 台所述氨化高压釜 200 提供氨源，停止所述第二进料管 70 向每一所述氨化高压釜 200 提供羟乙基磺酸碱金属盐溶液，并使所述缓冲装置 30 中的混合物料进入所述闪蒸装置 40 中；

(4) 所述闪蒸装置 40 与所述缓冲装置 30 的压力平衡后，使所述缓冲装置 30 中的混合物料停止进入所述闪蒸装置 40 中；

(5) 将所述闪蒸装置 40 中的混合物料降压闪蒸，得到氨解产物，所述氨解产物包括牛磺磺酸碱金属盐。

[054] 步骤(1)中，所述氨水由液氨、氨水、水中的至少两种在进料装置 10 中配置得到，氨的质量浓度为 25%-50%。

[055] n 台所述氨化高压釜 200 串联连接时，通过所述进料装置 10 向第 1 台所述氨化高压釜 200 提供氨水即可使每一氨化高压釜 200 均充有氨水。在一个或多个实施例中，所述氨化高压釜 200 中氨水的体积为所述氨化高压釜 200 的体积的 60%-90%。

[056] 步骤(2)中，所述反应温度为 250℃-290℃，所述反应压力为 14MPa-24MPa，每一所述氨化高压釜 200 的转速为 100r/min-500r/min。

[057] 第一进料管 60 向第 1 台所述氨化高压釜 200 至第 n 台所述氨化高压釜 200 提供的氨源优选为液氨。因为，羟乙基磺酸碱金属盐在氨解时消耗的是氨，如果第一进料管 60 补加氨水，会使氨化高压釜 200 中反应体积越来越多。

[058] 第二进料管 70 向每一氨化高压釜 200 提供的羟乙基磺酸碱金属盐溶液包括羟乙基磺酸钠溶液、羟乙基磺酸钾溶液、羟乙基磺酸锂溶液中的至少一种，优选为羟乙基磺酸钠溶液，羟乙基磺酸碱金属盐溶液中羟乙基磺酸碱金属的质量浓度为 30%-60%。

[059] 所述进料装置 10 向第 1 台所述氨化高压釜 200 提供氨水的速度为 6.0m³/h-10.0m³/h，所述第一进料管 60 向第 1 台所述氨化高压釜 200 至第 n 台所述氨化高压釜 200 提供氨源的速度均为 0.1m³/h-0.2m³/h，所述第二进料管 70 向每一所述氨化高压釜 200 提供羟乙基磺酸碱金属盐溶液的速度均为 0.1m³/h-0.3m³/h。

[060] 在一个或多个实施例中，所述第二进料管 70 向每一所述氨化高压釜 200 提供羟乙基磺酸碱金属盐溶液的方式为滴加，所述第一进料管 60 向第 1 台所述氨化高压釜 200 至第 n 台所述氨化高压釜 200 提供氨源的方式也可以为滴加。

[061] 从而，所述制备方法可以通过对进料装置 10、第一进料管 60 和第二进料管 70 的进料速度的精确控制，使每一氨化高压釜中的氨与羟乙基磺酸碱金属盐的摩尔比达到极大值，以大幅度降低二牛磺酸碱金属盐等副产物的产生，使牛磺酸碱金属盐的收率达到 90% 以上，羟乙基磺酸碱金属盐的转化率超过 95%。而且，工艺安全稳定，产品组成成分稳定，再现性高。

[062] 同时，通过控制所串联的氨化高压釜 200 的台数、体积大小，以及进料装置 10、第一进料管 60 和第二进料管 70 的进料速度，可调整氨化高压釜 200 中反应液的停留时间。

[063] 应予说明的是，第一进料管 60 和第二进料管 70 向每一氨化高压釜 200 中提供液氨和羟乙基磺酸碱金属盐溶液的速度是可以相同，也可以不同的。

[064] 当反应液在氨化高压釜 200 中的停留时间足够使羟乙基磺酸碱金属盐完全反应时，可使第二进料管 70 向每一氨化高压釜 200 中提供羟乙基磺酸碱金属盐溶液的速度保持相同。

[065] 当反应液在氨化高压釜 200 中的停留时间短时，为了保证第 n 台氨化高压釜 200 中的羟乙基磺酸碱金属盐能够完全反应，可以降低第 n 台氨化高压釜 200 中的羟乙基磺酸碱金属盐的进入量。甚至，可以从第 1 台氨化高压釜 200 开始，顺次降低每一台氨化高压釜 200 中羟乙基磺酸碱金属的进入量。

[066] 或者，当连续式氨解反应系统包括有调整装置 130 时，调整装置 130 在步骤(1)的进料过程中也会充有氨水，所以，步骤(2)中可使每一所述氨化高压釜 200 中的反应液以串联的顺序进入所述调整装置 130，使反应液中未完全反应的羟乙基磺酸碱金属盐在所述调整装置 130 中反应完全，再通过所述调整装置 130 进入所述缓冲装置 30，得到混合物料。

[067] 此时，步骤(2)中还通过所述第一进料管 60 以连续式或者间歇式的方式向所述调整装置 130 提供氨源，以补充氨解反应消耗的氨。

[068] 步骤(2)中，待氨化高压釜 200 中的氨解反应进行一定时间后或者氨解反应稳定后，还可以包括开启缓冲装置 30 的排料管排除收集到的欠佳的混合物料，然后关闭排料管进行重新收集，得到质量较佳的混合物料。

[069] 步骤(5)中，还通过所述氨回收装置 50 回收降压闪蒸后的氨，得到回收氨，所述回收

氨可以为氨水，也可以为液氨，考虑到成本，在一个或多个实施例中，采用水循环回收降压闪蒸后的氨得到氨水。

[070] 在一个或多个实施例中，所述回收氨提供至所述进料装置 10 循环使用，以减少进料装置 10 中液氨的使用，降低生产成本。

[071] 由于进料装置 10 在步骤(2)中补加的是氨水，第一进料管 60 在步骤(2)中补加的液氨，所以，可以维持每一氨化高压釜 200 在氨解反应过程中的反应液的体积。从而，参照连续式氨解反应系统的具体使用，在进行步骤(5)时，可以重新开始步骤(2)，依次循环，以实现牛磺酸碱金属盐的连续化生产。

[072] 请参照图 2，本申请还提供一种牛磺酸的制备方法，包括所述牛磺酸碱金属盐的制备方法，以及

(6) 将所述氨解产物进行酸化，分离，得到固体产物和母液；

(7) 将所述固体产物结晶，得到牛磺酸。

[073] 步骤(6)中，具体可以采用硫酸、盐酸等在酸化装置 80 中对所述氨解产物进行酸化，得到固液分明的酸化产物，经分离装置 90 分离后，得到固体产物和母液。

[074] 由于采用本申请的连续式氨解反应系统制备得到的氨解产物中主要为牛磺酸碱金属盐，羟乙基磺酸碱金属盐、二牛磺酸碱金属盐和三牛磺酸碱金属盐含量极低，所以，分离固体产物后，可以直接销毁步骤(6)中所述母液，不用对母液进行循环套用，不仅简化了工艺，而且避免了母液套用所带来的稳定性问题和安全隐患，使得生产工艺更加安全、稳定、可靠。

[075] 进一步地，销毁母液的方式很多，在一个或多个实施例中，采用母液回收装置 100 回收分离装置 90 分离得到的母液，并输送至焚烧炉 110 进行焚烧。

[076] 步骤(7)中，所述固体产物具体可以在结晶装置 120 中降温析晶得到牛磺酸粗品，所述牛磺酸粗品再经纯化后得到牛磺酸纯品。

[077] 以下，将通过以下具体实施例对所述连续式氨解反应系统、牛磺酸碱金属盐及牛磺酸的制备方法做进一步的说明。

[078] 以下实施例的连续式氨解反应系统均使用 6 台 5.0m^3 的氨化高压釜串联在一起，串联的氨化高压釜均为上部进料、插底管底部出料的形式，用高压管道相互连接。用高压泵和进料装置将氨水压入第 1 台氨化高压釜内，用第一进料管向第 1 台至第 6 台氨化高压釜滴加液氨，用高压泵和第二进料管向第 1 台至第 6 台氨化高压釜滴加羟乙基磺酸钠水溶液。串联的

第 1 台至第 6 台氨化高压釜之间压力相差很小，利用第 6 台氨化高压釜出料产生的压差，使氨化高压釜中的反应液按串联的顺序向缓冲装置流动。

[079] 实施例 1

[080] 采用液氨和水配置浓度为 40%的氨水，采用羟乙基磺酸钠固体和水配置浓度为 40%的羟乙基磺酸钠水溶液。

[081] 将配置好的浓度为 40%的氨水通过高压泵和进料装置将其压入第 1 台氨化高压釜内，使串联的第 1 台至第 6 台氨化高压釜内的氨水达到釜体积的 80%时，停止加料。

[082] 开启搅拌装置，使第 1 台至第 6 台氨化高压釜转速达到 250r/min 时，开始对第 1 台至第 6 台氨化高压釜加热升温，利用出料阀控制系统中氨化高压釜的压力。当第 1 台至第 6 台氨化高压釜的温度升至 250℃，压力至 14.5MPa 时，通过高压泵和进料装置向第 1 台氨化高压釜加入 40%氨水，并通过高压泵和第二进料管向第 1 台至第 6 台氨化高压釜滴加 40%的羟乙基磺酸钠水溶液进行氨解反应，同时通过第一进料管向第 1 台至第 6 台氨化高压釜滴加液氨，以补充反应过程消耗的氨，其中，进料装置中氨水的流速为 10.0m³/h，第一进料管中液氨的流速为 0.10m³/h，第二进料管中羟乙基磺酸钠水溶液的流速为 0.22m³/h。

[083] 随着氨解反应的进行，第 1 台氨化高压釜至第 6 台氨化高压釜内的反应液按串联顺序流动，经过缓冲装置的进料阀进入缓冲装置，缓冲装置收集得到混合物料。当缓冲装置的压力至 14.5MPa 时，与第 6 台氨化高压釜的压力达到平衡，关闭缓冲装置的进料阀，开启缓冲装置的出料阀，将混合物料压进闪蒸装置。当缓冲装置与闪蒸装置的压力平衡后，关闭缓冲装置的出料阀，开启缓冲装置的进料阀，使进料装置、第一进料管和第二进料管向氨化高压釜中进行再次进料，依此不断循环。

[084] 闪蒸装置内的混合物料经降压闪蒸，获得氨解产物，并使用水循环回收其中的过量氨至氨回收装置，形成的氨水重新循环至进料装置继续使用。系统连续运行 8 小时后，取样分析，并计算，结果如表 1 所示。

[085] 表 1

物料	百分比
牛磺酸钠含量	87.07%
二牛磺酸钠含量	7.79%
三牛磺酸钠含量	0.53%

羟乙基磺酸钠含量	4.61%
牛磺酸钠收率	90.72%
羟乙基磺酸钠转化率	95.23%

[086] 闪蒸后的氨解产物转入酸化装置中，滴加浓 H₂SO₄ 进行酸化，直至 pH=5.6 时，停止滴加浓 H₂SO₄，得到固液分明的酸化产物。将酸化产物采用分离装置分离后，固体产物转入结晶装置中，降温析晶得到牛磺酸粗品，牛磺酸粗品再经纯化后得到牛磺酸纯品。母液则经母液回收装置回收后进入焚烧装置进行焚烧处理，不进行母液套用。

[087] 最后，对牛磺酸纯品进行分析得到，牛磺酸纯品中牛磺酸的含量为 99.96%，羟乙基磺酸钠的含量为 0.02%，二牛磺酸钠和三牛磺酸钠未检出，其它杂质的含量为 0.02%。

[088] 实施例 2

[089] 采用液氨和水配置浓度为 40%的氨水，采用羟乙基磺酸钠固体和水配置浓度为 50%的羟乙基磺酸钠水溶液。

[090] 将配置好的浓度为 40%的氨水通过高压泵和进料装置将其压入第 1 台氨化高压釜内，使串联的第 1 台至第 6 台氨化高压釜内的氨水达到釜体积的 80%时，停止加料。

[091] 开启搅拌装置，使第 1 台至第 6 台氨化高压釜转速达到 300r/min 时，开始对第 1 台至第 6 台氨化高压釜加热升温，利用出料阀控制系统中氨化高压釜的压力。当第 1 台至第 6 台氨化高压釜的温度升至 265℃，压力至 18.3MPa 时，通过高压泵和进料装置向第 1 台氨化高压釜加入 40%氨水，并通过高压泵和第二进料管向第 1 台至第 6 台氨化高压釜滴加 50%的羟乙基磺酸钠水溶液进行氨解反应，同时通过第一进料管向第 1 台至第 6 台氨化高压釜滴加液氨，以补充反应过程消耗的氨，其中，进料装置中氨水的流速为 8.0m³/h，第一进料管中液氨的流速为 0.1m³/h，第二进料管中羟乙基磺酸钠水溶液的流速为 0.11m³/h。

[092] 随着氨解反应的进行，第 1 台氨化高压釜至第 6 台氨化高压釜内的反应液按串联顺序流动，经过缓冲装置的进料阀进入缓冲装置，缓冲装置收集得到混合物料。当缓冲装置的压力至 18.3MPa 时，与第 6 台氨化高压釜的压力达到平衡，关闭缓冲装置的进料阀，开启缓冲装置的出料阀，将混合物料压进闪蒸装置。当缓冲装置与闪蒸装置的压力平衡后，关闭缓冲装置的出料阀，开启缓冲装置的进料阀，使进料装置、第一进料管和第二进料管向氨化高压釜中进行再次进料，依此不断循环。

[093] 闪蒸装置内的混合物料经降压闪蒸，获得氨解产物，并使用水循环回收其中的过量氨

至氨回收装置，形成的氨水重新循环至进料装置继续使用。系统连续运行 8 小时后，取样分析，并计算，结果如表 2 所示。

[094] 表 2

物料	百分比
牛磺酸钠含量	93.57%
二牛磺酸钠含量	4.24%
三牛磺酸钠含量	0.43%
羟乙基磺酸钠含量	1.76%
牛磺酸钠收率	95.75%
羟乙基磺酸钠转化率	98.21%

[095] 闪蒸后的氨解产物转入酸化装置中，滴加浓 H₂SO₄ 进行酸化，直至 pH=7.1 时，停止滴加浓 H₂SO₄，得到固液分明的酸化产物。将酸化产物采用分离装置分离后，固体产物转入结晶装置中，降温析晶得到牛磺酸粗品，牛磺酸粗品再经纯化后得到牛磺酸纯品。母液则经母液回收装置回收后进入焚烧装置进行焚烧处理，不进行母液套用。

[096] 最后，对牛磺酸纯品进行分析得到，牛磺酸纯品中牛磺酸的含量为 99.91%，羟乙基磺酸钠的含量为 0.02%，二牛磺酸钠和三牛磺酸钠未检出，其它杂质的含量为 0.07%。

[097] 实施例 3

[098] 采用液氨和水配置浓度为 50%的氨水，采用羟乙基磺酸钠固体和水配置浓度为 50%的羟乙基磺酸钠水溶液。

[099] 将配置好的浓度为 50%的氨水通过高压泵和进料装置将其压入第 1 台氨化高压釜内，使串联的第 1 台至第 6 台氨化高压釜内的氨水达到釜体积的 80%时，停止加料。

[0100] 开启搅拌装置，使第 1 台至第 6 台氨化高压釜转速达到 300r/min 时，开始对第 1 台至第 6 台氨化高压釜加热升温，利用出料阀控制系统中氨化高压釜的压力。当第 1 台至第 6 台氨化高压釜的温度升至 280℃，压力至 18.6MPa 时，通过高压泵和进料装置向第 1 台氨化高压釜加入 50%氨水，并通过高压泵和第二进料管向第 1 台至第 5 台氨化高压釜滴加 50%的羟乙基磺酸钠水溶液进行氨解反应，同时通过第一进料管向第 1 台至第 6 台氨化高压釜滴加液氨，以补充反应过程消耗的氨，其中，进料装置中氨水的流速为 9.0m³/h，第一进料管中液氨的流速为 0.1m³/h，第二进料管中羟乙基磺酸钠水溶液的流速为 0.11m³/h。

[0101] 随着氨解反应的进行，第 1 台氨化高压釜至第 6 台氨化高压釜内的反应液按串联顺序流动，经过缓冲装置的进料阀进入缓冲装置，缓冲装置收集得到混合物料。当缓冲装置的压力至 18.6MPa 时，与第 6 台氨化高压釜的压力达到平衡，关闭缓冲装置的进料阀，开启缓冲装置的出料阀，将混合物料压进闪蒸装置。当缓冲装置与闪蒸装置的压力平衡后，关闭缓冲装置的出料阀，开启缓冲装置的进料阀，使进料装置、第一进料管和第二进料管向氨化高压釜中进行再次进料，依此不断循环。

[0102] 闪蒸装置内的混合物料经降压闪蒸，获得氨解产物，并使用水循环回收其中的过量氨至氨回收装置，形成的氨水重新循环至进料装置继续使用。系统连续运行 8 小时后，取样分析，并计算，结果如表 3 所示。

[0103] 表 3

物料	百分比
牛磺酸钠含量	95.53%
二牛磺酸钠含量	3.00%
三牛磺酸钠含量	0.27%
羟乙基磺酸钠含量	1.19%
牛磺酸钠收率	97.08%
羟乙基磺酸钠转化率	98.80%

[0104] 闪蒸后的氨解产物转入酸化装置中，滴加浓 H₂SO₄ 进行酸化，直至 pH=7.0 时，停止滴加浓 H₂SO₄，得到固液分明的酸化产物。将酸化产物采用分离装置分离后，固体产物转入结晶装置中，降温析晶得到牛磺酸粗品，牛磺酸粗品再经纯化后得到牛磺酸纯品。母液则经母液回收装置回收后进入焚烧装置进行焚烧处理，不进行母液套用。

[0105] 最后，对牛磺酸纯品进行分析得到，牛磺酸纯品中牛磺酸的含量为 99.92%，羟乙基磺酸钠的含量为 0.02%，二牛磺酸钠和三牛磺酸钠未检出，其它杂质的含量为 0.06%。

[0106] 实施例 4

[0107] 采用液氨和水配置浓度为 50% 的氨水，采用羟乙基磺酸钠固体和水配置浓度为 45% 的羟乙基磺酸钠水溶液。

[0108] 将配置好的浓度为 50% 的氨水通过高压泵和进料装置将其压入第 1 台氨化高压釜内，使串联的第 1 台至第 6 台氨化高压釜内的氨水达到釜体积的 80% 时，停止加料。

[0109] 开启搅拌装置，使第 1 台至第 6 台氨化高压釜转速达到 300r/min 时，开始对第 1 台至第 6 台氨化高压釜加热升温，利用出料阀控制系统中氨化高压釜的压力。当第 1 台至第 6 台氨化高压釜的温度升至 280℃，压力至 19.2MPa 时，通过高压泵和进料装置向第 1 台氨化高压釜加入 50%氨水，并通过高压泵和第二进料管向第 1 台至第 5 台氨化高压釜滴加 45%的羟乙基磺酸钠水溶液进行氨解反应，同时通过第一进料管向第 1 台至第 6 台氨化高压釜滴加液氨，以补充反应过程消耗的氨，其中，进料装置中氨水的流速为 8.0m³/h，第一进料管中液氨的流速为 0.1m³/h，第二进料管中羟乙基磺酸钠水溶液的流速为 0.18m³/h。

[0110] 随着氨解反应的进行，第 1 台氨化高压釜至第 6 台氨化高压釜内的反应液按串联顺序流动，经过缓冲装置的进料阀进入缓冲装置，缓冲装置收集得到混合物料。当缓冲装置的压力至 19.2MPa 时，与第 6 台氨化高压釜的压力达到平衡，关闭缓冲装置的进料阀，开启缓冲装置的出料阀，将混合物料压进闪蒸装置。当缓冲装置与闪蒸装置的压力平衡后，关闭缓冲装置的出料阀，开启缓冲装置的进料阀，使进料装置、第一进料管和第二进料管向氨化高压釜中进行再次进料，依此不断循环。

[0111] 闪蒸装置内的混合物料经降压闪蒸，获得氨解产物，并使用水循环回收其中的过量氨至氨回收装置，形成的氨水重新循环至进料装置继续使用。系统连续运行 8 小时后，取样分析，并计算，结果如表 4 所示。

[0112] 表 4

物料	百分比
牛磺酸钠含量	93.13%
二牛磺酸钠含量	3.78%
三牛磺酸钠含量	0.38%
羟乙基磺酸钠含量	2.70%
牛磺酸钠收率	95.07%
羟乙基磺酸钠转化率	97.26%

[0113] 闪蒸后的氨解产物转入酸化装置中，滴加浓 H₂SO₄ 进行酸化，直至 pH=7.0 时，停止滴加浓 H₂SO₄，得到固液分明的酸化产物。将酸化产物采用分离装置分离后，固体产物转入结晶装置中，降温析晶得到牛磺酸粗品，牛磺酸粗品再经纯化后得到牛磺酸纯品。母液则经母液回收装置回收后进入焚烧装置进行焚烧处理，不进行母液套用。

[0114] 最后，对牛磺酸纯品进行分析得到，牛磺酸纯品中牛磺酸的含量为 99.90%，羟乙基

磺酸钠的含量为 0.02%，二牛磺酸钠和三牛磺酸钠未检出，其它杂质的含量为 0.08%。

[0115] 实施例 5

[0116] 采用液氨和水配置浓度为 50%的氨水，采用羟乙基磺酸钠固体和水配置浓度为 45%的羟乙基磺酸钠水溶液。

[0117] 将配置好的浓度为 50%的氨水通过高压泵和进料装置将其压入第 1 台氨化高压釜内，使串联的第 1 台至第 6 台氨化高压釜内的氨水达到釜体积的 80%时，停止加料。

[0118] 开启搅拌装置，使第 1 台至第 6 台氨化高压釜转速达到 300r/min 时，开始对第 1 台至第 6 台氨化高压釜加热升温，利用出料阀控制系统中氨化高压釜的压力。当第 1 台至第 6 台氨化高压釜的温度升至 280℃，压力至 18.4MPa 时，通过高压泵和进料装置向第 1 台氨化高压釜加入 50%氨水，并通过高压泵和第二进料管向第 1 台至第 5 台氨化高压釜滴加 45%的羟乙基磺酸钠水溶液进行氨解反应，同时通过第一进料管向第 1 台至第 6 台氨化高压釜滴加液氨，以补充反应过程消耗的氨，其中，进料装置中氨水的流速为 8.0m³/h，第一进料管中液氨的流速为 0.1m³/h，第二进料管中羟乙基磺酸钠水溶液的流速分别为 0.22m³/h、0.20m³/h、0.18m³/h、0.16m³/h、0.14m³/h。

[0119] 随着氨解反应的进行，第 1 台氨化高压釜至第 6 台氨化高压釜内的反应液按串联顺序流动，经过缓冲装置的进料阀进入缓冲装置，缓冲装置收集得到混合物料。当缓冲装置的压力至 18.4MPa 时，与第 6 台氨化高压釜的压力达到平衡，关闭缓冲装置的进料阀，开启缓冲装置的出料阀，将混合物料压进闪蒸装置。当缓冲装置与闪蒸装置的压力平衡后，关闭缓冲装置的出料阀，开启缓冲装置的进料阀，使进料装置、第一进料管和第二进料管向氨化高压釜中进行再次进料，依此不断循环。

[0120] 闪蒸装置内的混合物料经降压闪蒸，获得氨解产物，并使用水循环回收其中的过量氨至氨回收装置，形成的氨水重新循环至进料装置继续使用。系统连续运行 8 小时后，取样分析，并计算，结果如表 5 所示。

[0121]

表 5

物料	百分比
牛磺酸钠含量	93.58%
二牛磺酸钠含量	3.62%
三牛磺酸钠含量	0.38%

羟乙基磺酸钠含量	2.42%
牛磺酸钠收率	95.45%
羟乙基磺酸钠转化率	97.55%

[0122] 闪蒸后的氨解产物转入酸化装置中，滴加浓 H₂SO₄ 进行酸化，直至 pH=7.0 时，停止滴加浓 H₂SO₄，得到固液分明的酸化产物。将酸化产物采用分离装置分离后，固体产物转入结晶装置中，降温析晶得到牛磺酸粗品，牛磺酸粗品再经纯化后得到牛磺酸纯品。母液则经母液回收装置回收后进入焚烧装置进行焚烧处理，不进行母液套用。

[0123] 最后，对牛磺酸纯品进行分析得到，牛磺酸纯品中牛磺酸的含量为 99.90%，羟乙基磺酸钠的含量为 0.02%，二牛磺酸钠和三牛磺酸钠未检出，其它杂质的含量为 0.08%。

[0124] 对比例

[0125] 使用高压釜进行间歇氨化反应

[0126] 按常规的间歇釜式氨解反应工艺，将计量的羟乙基磺酸钠固体溶解于装有一定浓度氨水（25%-50%）高压釜中，于 250℃-290℃、14MPa-25MPa 反应条件下，进行氨化反应 1 小时-3 小时，得到牛磺酸钠水溶液，经计算，牛磺酸钠的收率平均在 77%-80%。

[0127] 由上述实施例和对比例可知，本申请制备方法的牛磺酸钠的收率在 95%左右，远大于间歇釜式 77%-80%的收率。由此可知，在牛磺酸的制备过程中，第一、羟乙基磺酸钠、二牛磺酸钠和三牛磺酸钠含量较少，有利于后期酸化、结晶、提纯，得到的牛磺酸含量接近 100%，第二、可以避免复杂的母液套用过程，简化生产工艺，提高生产工艺的安全性、稳定性和可靠性。

[0128] 以上所述实施例的各技术特征可以进行任意的组合，为使描述简洁，未对上述实施例中的各个技术特征所有可能的组合都进行描述，然而，只要这些技术特征的组合不存在矛盾，都应当认为是本说明书记载的范围。

[0129] 以上所述实施例仅表达了本申请的几种实施方式，其描述较为具体和详细，但并不能因此而理解为对本申请专利范围的限制。应当指出的是，对于本领域的普通技术人员来说，在不脱离本申请构思的前提下，还可以做出若干变形和改进，这些都属于本申请的保护范围。因此，本申请专利的保护范围应以所附权利要求为准。

权利要求

1、一种连续式氨解反应系统，其特征在于，包括：

高压反应装置，所述高压反应装置包括 n 台氨化高压釜， $n \geq 2$ ，第 1 台所述氨化高压釜至第 n 台所述氨化高压釜依次串联，所述氨化高压釜为氨解反应的容器，所述氨解反应采用氨作为氨化剂，第 1 台所述氨化高压釜连接有进料装置，第 1 台所述氨化高压釜至第 n 台所述氨化高压釜均连接有第一进料管，每一所述氨化高压釜均连接有第二进料管；

缓冲装置，所述缓冲装置与第 n 台所述氨化高压釜连接，用于接收第 1 台至第 n 台所述氨化高压釜中氨解反应后的混合物料；

闪蒸装置，所述闪蒸装置与所述缓冲装置连接，用于接收所述缓冲装置中的所述混合物料并通过闪蒸得到氨解产物。

2、根据权利要求 1 所述的连续式氨解反应系统，其特征在于，所述进料装置用于引入氨解反应的氨源，所述第一进料管用于补充氨解反应过程中消耗的氨，所述第二进料管用于提供氨解反应所需的待反应原料。

3、根据权利要求 1 所述的连续式氨解反应系统，其特征在于，所述连续式氨解反应系统还包括有氨回收装置，所述氨回收装置与所述闪蒸装置连接，所述氨回收装置用于回收所述闪蒸装置中的氨，得到回收氨。

4、根据权利要求 3 所述的连续式氨解反应系统，其特征在于，所述氨回收装置还与所述进料装置连接，以将所述回收氨输送至所述进料装置。

5、根据权利要求 1 所述的连续式氨解反应系统，其特征在于，所述连续式氨解反应系统还包括有调整装置，所述调整装置串联于第 n 台所述氨化高压釜，所述缓冲装置串联于所述调整装置，所述调整装置为氨解反应的容器。

6、根据权利要求 5 所述的连续式氨解反应系统，其特征在于，所述调整装置连接有第一进料管。

7、一种牛磺酸碱金属盐的制备方法，其特征在于，所述制备方法采用权利要求 1-6 任意一项所述的连续式氨解反应系统，所述制备方法包括以下步骤：

(1) 通过所述进料装置向第 1 台所述氨化高压釜中提供氨水，以使串联的每一所述氨化高压釜均充有氨水；

(2) 在反应温度和反应压力下，通过所述进料装置向第 1 台所述氨化高压釜提供氨水，通过所述第一进料管向第 1 台所述氨化高压釜至第 n 台所述氨化高压釜提供氨源，通过所述第二进料管向每一所述氨化高压釜提供羟乙基磺酸碱金属盐溶液，以使每一所述氨化高压釜均进行氨解反应并使反应液以串联的顺序进入所述缓冲装置中，得到混合物料；

(3) 所述缓冲装置与第 n 台所述氨化高压釜的压力平衡后，停止所述进料装置向第 1 台所述氨化高压釜提供氨水，停止所述第一进料管向第 1 台所述氨化高压釜至第 n 台所述氨化高压釜提供氨源，停止所述第二进料管向每一所述氨化高压釜提供羟乙基磺酸碱金属盐溶液，并使所述缓冲装置中的混合物料进入所述闪蒸装置中；

(4) 所述闪蒸装置与所述缓冲装置的压力平衡后，使所述缓冲装置中的混合物料停止进入所述闪蒸装置中；

(5) 将所述闪蒸装置中的混合物料降压闪蒸，得到氨解产物，所述氨解产物包括牛磺磺酸碱金属盐。

8、根据权利要求 7 所述的牛磺磺酸碱金属盐的制备方法，其特征在于，步骤(1)中，所述氨化高压釜中氨水的体积为所述氨化高压釜的体积的 60%-90%。

9、根据权利要求 7 所述的牛磺磺酸碱金属盐的制备方法，其特征在于，步骤(2)中，所述氨源包括液氨。

10、根据权利要求 7 所述的牛磺磺酸碱金属盐的制备方法，其特征在于，步骤(2)中，所述进料装置向第 1 台所述氨化高压釜提供氨水的速度为 $6.0\text{m}^3/\text{h}$ - $10.0\text{m}^3/\text{h}$ ，所述第一进料管向第 1 台所述氨化高压釜至第 n 台所述氨化高压釜提供氨源的速度均为 $0.1\text{m}^3/\text{h}$ - $0.2\text{m}^3/\text{h}$ ，所述第二进料管向每一所述氨化高压釜提供羟乙基磺酸碱金属盐溶液的速度均为 $0.1\text{m}^3/\text{h}$ - $0.3\text{m}^3/\text{h}$ 。

11、根据权利要求 7 所述的牛磺磺酸碱金属盐的制备方法，其特征在于，步骤(2)中，所述第二进料管向每一所述氨化高压釜提供羟乙基磺酸碱金属盐溶液的方式为滴加。

12、根据权利要求 7 所述的牛磺磺酸碱金属盐的制备方法，其特征在于，步骤(2)中，每一所述氨化高压釜均进行氨解反应并使反应液以串联的顺序进入所述调整装置，再通过所述调整装置进入所述缓冲装置，得到混合物料。

13、根据权利要求 12 所述的牛磺磺酸碱金属盐的制备方法，其特征在于，步骤(2)中，还包括通过所述第一进料管以连续式或者间歇式的方式向所述调整装置提供氨源。

14、根据权利要求 7 所述的牛磺磺酸碱金属盐的制备方法，其特征在于，步骤(5)中，还通过所述氨回收装置回收降压闪蒸后的氨，得到回收氨。

15、根据权利要求 14 所述的牛磺磺酸碱金属盐的制备方法，其特征在于，所述回收氨提供至所述进料装置。

16、根据权利要求 7 所述的牛磺磺酸碱金属盐的制备方法，其特征在于，在进行步骤(5)时，重新开始步骤(2)。

17、一种牛磺磺酸的制备方法，其特征在于，所述制备方法包括权利要求 7-16 任意一项所述牛磺磺酸碱金属盐的制备方法，以及

- (6) 将所述氨解产物进行酸化，分离，得到固体产物和母液；
- (7) 将所述固体产物结晶，得到牛磺酸。

18、根据权利要求 17 所述牛磺酸的制备方法，其特征在于，还包括销毁步骤(6)中所述母液。

1/2

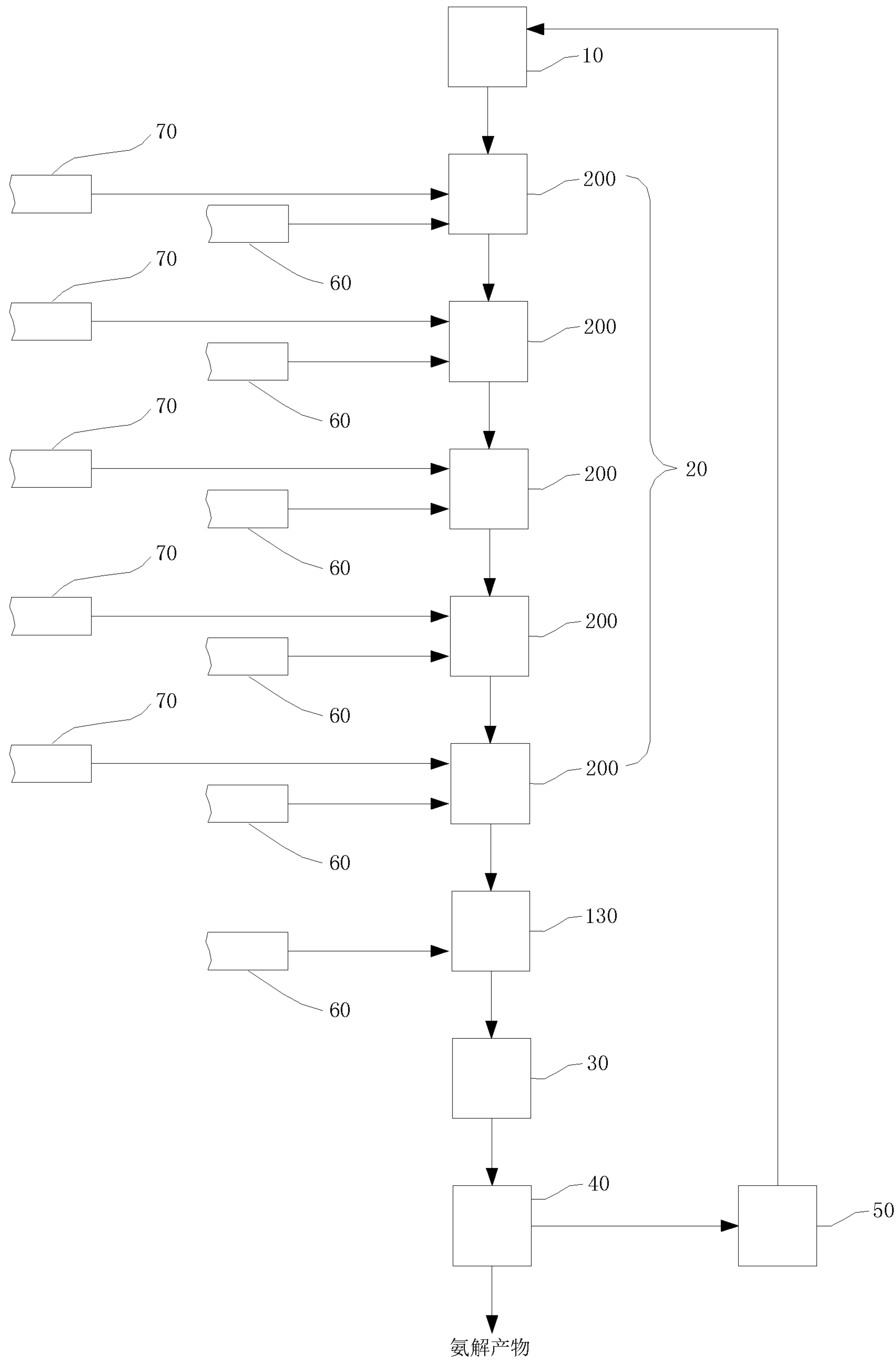


图 1

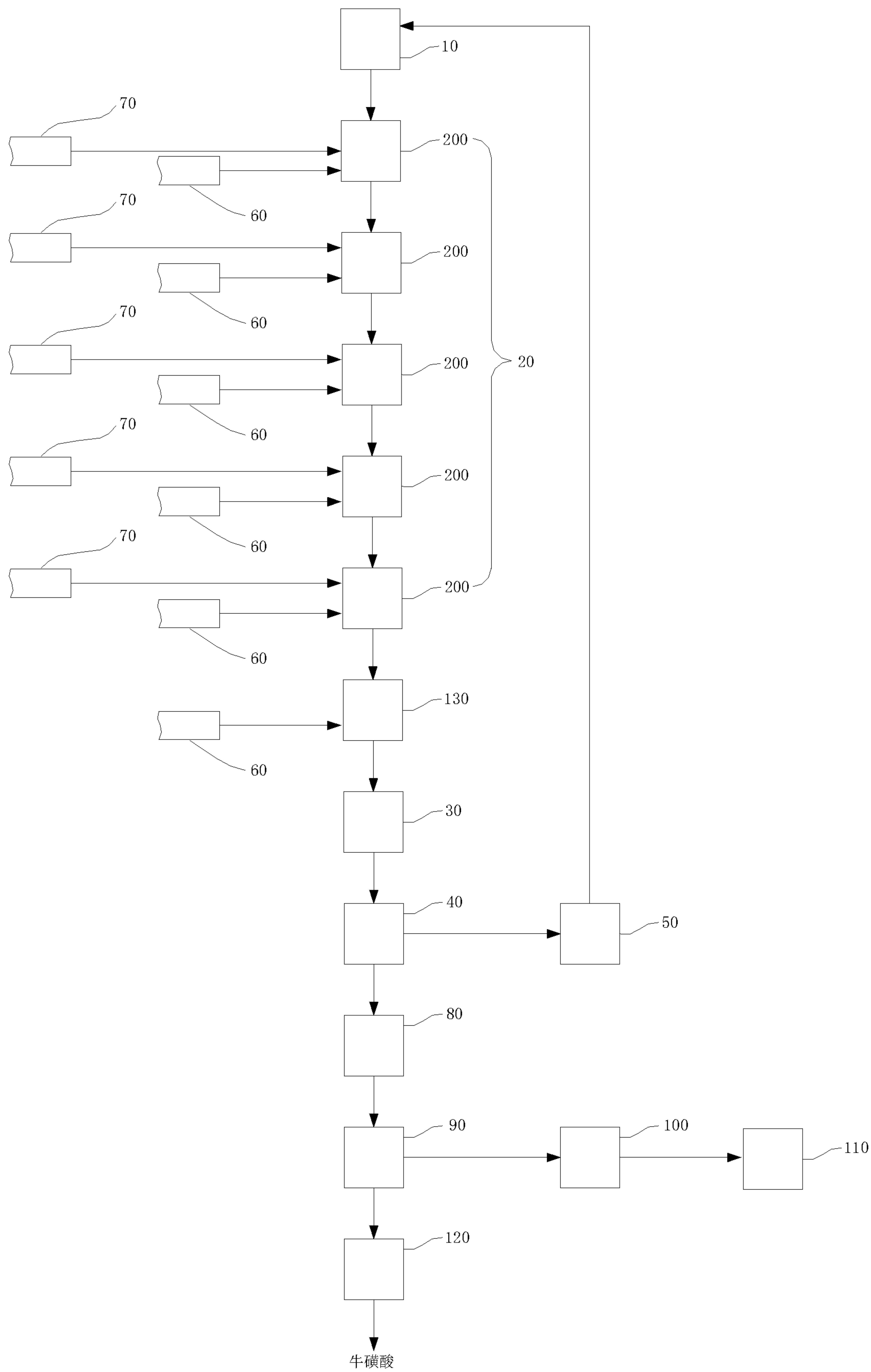


图 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2020/112059

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C07C 303/32(2006.01)i; C07C 303/02(2006.01)i; C07C 309/14(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C07C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPODOC, WPI, CNPAT, CNKI, CAPLUS(STN), WEB OF SCIENCE: 牛磺酸, 羧乙基磺酸, 氨解, 氨化, 连续, taurine, isethionate, taurate, ammonolysis, continu+

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	朱圣东 等 (ZHU, Shengdong et al.). "牛磺酸生产的技术改造 (Technical Improvement for Taurine Production)" 化工科技 (Science & Technology in Chemical Industry), Vol. 9, No. 3, 31 December 2001 (2001-12-31), pp. 42-43	1-18
A	刘福明 等 (LIU, Fuming et al.). "牛磺酸氨解反应工艺研究 (non-official translation: Study on Ammonolysis Reaction for Producing Taurine)" 山东化工 (Shandong Chemical Industry), Vol. 44, No. 5, 31 December 2015 (2015-12-31), pp. 27-28 and 30	1-18
A	CN 108329239 A (WANHUA CHEMICAL GROUP CO., LTD.) 27 July 2018 (2018-07-27) embodiments 1-4	1-18
A	朱圣东 等 (ZHU, Shengdong et al.). "牛磺酸氨化工段的工艺设计 (non-official translation: # Process Design for Taurine Production through Ammoniation Stage)" 医药工程设计杂志 (Pharaceutical Engineering Design), Vol. 21, No. 4, 31 December 2000 (2000-12-31), pp. 157-158	1-18
A	CN 101508658 A (王代龙 等 (WANG, Dailong et al.)) 19 August 2009 (2009-08-19) embodiments 1-6, claims 1-4	1-18

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search

12 November 2020

Date of mailing of the international search report

01 December 2020

Name and mailing address of the ISA/CN

China National Intellectual Property Administration (ISA/
CN)
No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao, Haidian District, Beijing
100088
China

Facsimile No. (86-10)62019451

Authorized officer

Telephone No.

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	CN 105732440 A (JIANGYIN HUACHANG FOOD ADDITIVE CO., LTD.) 06 July 2016 (2016-07-06) claims 1-9	1-18
A	WO 2018034696 A1 (VITAWORKS IP LLC.) 22 February 2018 (2018-02-22) embodiment 1	1-18

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/CN2020/112059

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
CN	108329239	A	27 July 2018	None			
CN	101508658	A	19 August 2009	None			
CN	105732440	A	06 July 2016	None			
WO	2018034696	A1	22 February 2018	EP	3284737	A1	21 February 2018
				JP	6227815	B1	08 November 2017
				JP	2018027930	A	22 February 2018

国际检索报告		国际申请号 PCT/CN2020/112059
A. 主题的分类 C07C 303/32(2006.01)i; C07C 303/02(2006.01)i; C07C 309/14(2006.01)i 按照国际专利分类(IPC)或者同时按照国家分类和IPC两种分类		
B. 检索领域 检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号) C07C 包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献 在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称, 和使用的检索词(如使用)) EPDOC, WPI, CNPAT, CNKI, CAPLUS(STN), WEB OF SCIENCE:牛磺酸, 羟乙基磺酸, 氨解, 氨化, 连续, taurine, isethionate, taurate, ammonolysis, continu+		
C. 相关文件		
类 型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求
A	朱圣东等. "牛磺酸生产的技术改造" 化工科技, 第9卷, 第3期, 2001年 12月 31日 (2001 - 12 - 31), 第42-43页	1-18
A	刘福明等. "牛磺酸氨解反应工艺研究" 山东化工, 第44卷, 第5期, 2015年 12月 31日 (2015 - 12 - 31), 第27-28、30页	1-18
A	CN 108329239 A (万华化学集团股份有限公司) 2018年 7月 27日 (2018 - 07 - 27) 实施例1-4	1-18
A	朱圣东等. "牛磺酸氨化工段的工艺设计" 医药工程设计杂志, 第21卷, 第4期, 2000年 12月 31日 (2000 - 12 - 31), 第157-158页	1-18
A	CN 101508658 A (王代龙等) 2009年 8月 19日 (2009 - 08 - 19) 实施例1-6, 权利要求1-4	1-18
A	CN 105732440 A (江阴华昌食品添加剂有限公司) 2016年 7月 6日 (2016 - 07 - 06) 权利要求1-9	1-18
☒ 其余文件在C栏的续页中列出。 ☒ 见同族专利附件。		
* 引用文件的具体类型: “A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件 “E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利 “L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件(如具体说明的) “O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件 “P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件 “T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了解发明之理论或原理的在后文件 “X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性 “Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性 “&” 同族专利的文件		
国际检索实际完成的日期 2020年 11月 12日		国际检索报告邮寄日期 2020年 12月 1日
ISA/CN的名称和邮寄地址 中国国家知识产权局(ISA/CN) 中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088 传真号 (86-10)62019451		授权官员 李士坤 电话号码 86-(10)-53962327

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2020/112059

C. 相关文件

类 型*	引用文件，必要时，指明相关段落	相关的权利要求
A	WO 2018034696 A1 (VITAWORKS IP LLC) 2018年 2月 22日 (2018 - 02 - 22) 实施例1	1-18

国际检索报告 关于同族专利的信息				国际申请号 PCT/CN2020/112059			
检索报告引用的专利文件			公布日 (年/月/日)	同族专利			公布日 (年/月/日)
CN	108329239	A	2018年 7月 27日	无			
CN	101508658	A	2009年 8月 19日	无			
CN	105732440	A	2016年 7月 6日	无			
WO	2018034696	A1	2018年 2月 22日	EP	3284737	A1	2018年 2月 21日
				JP	6227815	B1	2017年 11月 8日
				JP	2018027930	A	2018年 2月 22日