



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 117000144 B

(45) 授权公告日 2024. 11. 26

(21) 申请号 202310902983.7

(22) 申请日 2023.07.21

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 117000144 A

(43) 申请公布日 2023.11.07

(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66-4号

专利权人 中国科学院过程工程研究所
湖北三峡实验室

(72) 发明人 田义群 张庆华 彭春雪 曹杰

姚红 刘三六 李从元 王伟
张小磊

(74) 专利代理机构 宜昌市三峡专利事务所

42103

专利代理师 王玉芳

(51) Int.Cl.

B01J 3/04 (2006.01)

C07C 227/08 (2006.01)

C07C 227/40 (2006.01)

C07C 229/08 (2006.01)

B01J 4/02 (2006.01)

B01J 4/00 (2006.01)

B01J 19/00 (2006.01)

B01D 11/04 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 220573460 U, 2024.03.12

CN 218222346 U, 2023.01.06

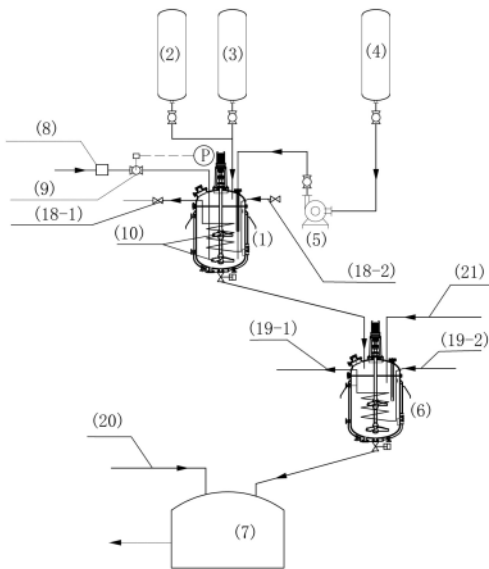
审查员 万雪纯

(54) 发明名称

一种水相法生产甘氨酸的工艺及装置

(57) 摘要

本发明专利涉及一种水相法生产甘氨酸的工艺及装置,在加压合成釜中加入水和催化剂乌洛托品后,开启三叶KCX与六叶HEDT组合形式的新型搅拌器,通过自动调节阀与加压反应釜内压力连锁通入氨气至pH=9左右,通过计量泵往加压合成釜内加入氯乙酸水溶液,氯乙酸水溶液在加压合成釜底酸分布器均匀分布后与氨分布器出来的氨气进行均相反应,控制反应温度、终点pH、反应时间和反应压力。将合成反应液转入萃取釜中经甲醇萃取、降温、离心、干燥得到工业级甘氨酸产品。采用加压合成工艺、新型搅拌器和分布器,可大幅提高反应活性,降低氨气、乌洛托品单耗水平,甘氨酸合成收率可超过89%,适用于水相中氯乙酸氨解法生产甘氨酸的工业化生产。



1. 一种水相法生产甘氨酸的工艺,其特征在于,包括如下步骤:

(1) 在加压合成釜中加入水和催化剂乌洛托品后,开启搅拌器,通过自动调节阀与加压反应釜内压力连锁通入氨气,再通过计量泵往加压合成釜内加入氯乙酸水溶液;

(2) 氯乙酸水溶液与氨气在加压合成釜底部进行均相反应,控制反应温度、终点pH、反应时间和反应压力,加压合成釜压力控制在0.2-0.3Mpa表压,温度控制为 $75\pm 1^{\circ}\text{C}$ 、或 $78\pm 1^{\circ}\text{C}$;将合成反应液转入萃取釜中经甲醇萃取、降温、离心、干燥得到甘氨酸产品;

水相法生产甘氨酸的装置,氯乙酸计量罐(4)通过氯乙酸计量泵(5)与加压合成釜(1)连接;

氨气管线依次通过氨气质量流量计(8)、氨气自动调节阀(9)与加压合成釜(1)连接;氨气自动调节阀(9)与加压合成釜(1)压力连锁;

加压合成釜(1)底部与萃取釜(6)顶部连接;

萃取釜(6)底部与甘氨酸离心机(7)连接;

所述的加压合成釜内设置有上层桨与底层桨组合成的新型搅拌器;

所述的上层桨为三叶KCX桨,桨叶直径700-780 mm,叶片宽度为200-350 mm;

所述的底层桨为六叶半椭圆管涡轮桨HEDT圆盘涡轮桨,圆盘直径400-500 mm,桨径500-700 mm,桨叶长180-250 mm、高100-180 mm;

底层桨离底距离为200-300 mm,两层桨间距为600-800 mm。

2. 根据权利要求1所述的水相法生产甘氨酸的工艺,其特征在于,所述的步骤(1)中,所述的搅拌器包括上层桨三叶KCX桨及底层桨六叶半椭圆管涡轮桨HEDT圆盘涡轮桨;上层桨、底层桨两层桨的搅拌速度为90-130rpm。

3. 根据权利要求1所述的水相法生产甘氨酸的工艺,其特征在于,所述的步骤(1)中通入氨气后使加压合成釜内pH调节至9-11.5。

4. 根据权利要求3所述的水相法生产甘氨酸的工艺,其特征在于,所述的步骤(1)中通入氨气后使加压合成釜内pH调节至9-11。

5. 根据权利要求4所述的水相法生产甘氨酸的工艺,其特征在于,所述的步骤(1)中通入氨气后使加压合成釜内pH调节至9-10。

6. 根据权利要求1所述的水相法生产甘氨酸的工艺,其特征在于,氯乙酸水溶液与氨气分别经分布器分布均匀后接触反应;所述氨气泡直径为0.0051-0.0055m,平均气含率为0.071-0.075,体积传质系数为 $0.293-0.301\text{ s}^{-1}$;所述氯乙酸液体直径为0.001-0.003m,平均液含率为0.085-0.091,体积传质系数为 $0.352-0.459\text{ s}^{-1}$ 。

7. 根据权利要求1所述的水相法生产甘氨酸的工艺,其特征在于,加压合成釜(1)上部通过管线与水计量罐(2)、乌洛托品计量罐(3)连接;加压合成釜(1)夹套进出口连接有循环水进出管线。

8. 根据权利要求1所述的水相法生产甘氨酸的工艺,其特征在于,加压合成釜(1)底部安装有氨气分布器(11)、氯乙酸水溶液分布器(12);氨气分布器(11)、氯乙酸水溶液分布器(12)上均匀分布90-120个4-6 mm的圆孔,开孔向下,分布器离底距离120-200 mm。

9. 根据权利要求1所述的水相法生产甘氨酸的工艺,其特征在于,萃取釜(6)及甘氨酸离心机(7)上分别设置有甲醇溶液进入管;萃取釜(6)夹套进出口连接有循环水进出管线。

一种水相法生产甘氨酸的工艺及装置

技术领域

[0001] 本发明公开了一种水相法生产甘氨酸的工艺及装置,属于化工生产技术领域,特别是涉及水相中采用氯乙酸氨解工艺生产甘氨酸的新方法。

背景技术

[0002] 甘氨酸即氨基乙酸,作为一种重要的精细化工中间体和化工原料,广泛应用于农药草甘膦、医药、食品和饲料添加剂等领域,在我国约80%的甘氨酸用于生产除草剂草甘膦。当前,国内甘氨酸工业化生产工艺仍然采用传统的以水为溶剂的氯乙酸氨解法:先在常压合成釜中加入水、乌洛托品后,通入氨气合成甘氨酸和氯化铵的混合溶液;再用大量甲醇萃取分离出甘氨酸;产生大量的甲酵母液,用单效常压甲醇精馏塔回收母液中的甲醇,用双效浓缩回收氯化铵,副产高氨氮、高COD的蒸发冷凝水和废液。

[0003] 该方法合成工序存在以下问题:(1)收率低,难以突破85%。水相中体系碱性强,氯乙酸转化为甘氨酸的转化率较低,约15%氯乙酸水解产生羟基乙酸;高温氨气不足时易产生亚氨基二乙酸 $[\text{NH}(\text{CH}_2\text{COOH})_2]$ 和氨基三乙酸 $[\text{N}(\text{CH}_2\text{COOH})_3]$ 等副产物。(2)催化剂乌洛托品的催化活性低,生产1吨甘氨酸需要消耗160kg乌洛托品。(3)反应温度高达80℃,氨气不能充分反应而溢出,造成生产1吨甘氨酸需要消耗590kg氨气。

[0004] 国内甘氨酸企业从工艺源头入手竭力优化水相法工艺,但仍不能从根本上解决水相法成本高的工艺缺陷。对于已具备相当规模水相法生产甘氨酸的企业来说,很难彻底放弃水相法生产装置。因此,基于现有水相法生产技术进行技术创新和升级,进一步向内挖潜增效,显得意义重大。

[0005] 专利CN109574864A公开了一种甘氨酸合成新工艺,以氯乙酸和氨气为原料,在催化剂乌洛托品的水溶液中进行氨解反应,反应结束后进行第一次降温结晶得到混合晶体和母液,混合晶体用水溶解后进行第二次降温结晶,得到的初产品进行低温水洗涤后离心分离并干燥得到甘氨酸产品,母液经电渗析分离得到甘氨酸、乌洛托品混合液和氯化铵水液;甘氨酸和乌洛托品混合液送回前序工序套用;氯化铵水液蒸发浓缩结晶得到氯化铵。但是,该专利只是提供一种甘氨酸和氯化铵分离的新方法,仍无法解决合成工序存在的缺陷。

[0006] 专利CN111196768A(一种利用同离子效应制备甘氨酸的方法),一种利用同离子效应,在醇水混合溶剂中制备甘氨酸的清洁生产工艺。催化剂采用新型催化剂吡啶碱类化合物或者是传统催化剂乌洛托品和多聚甲醛。氯乙酸铵在醇水混合溶剂里,在催化剂条件下,通氨氨化合成甘氨酸后,离心分离,得到甘氨酸。离心得到的混合溶剂里面投加固体氯乙铵,降温至0℃-20℃,离心分离,得到氯化铵。离心分离氯化铵得到的循环反应混合溶剂,循环进行合成甘氨酸的反应。该方法更换新型催化剂后,催化效率有一定提高,但是,该方法不能直接得到合格的甘氨酸产品,而且难以在现有装置上直接应用,改动的投资费用和风险较大。

发明内容

[0007] 本发明的目的是提供了一种水相法生产甘氨酸的工艺及装置,主要工艺是在加压合成釜中加入水和催化剂乌洛托品后,开启新型搅拌器,通过自动调节阀与加压反应釜内压力连锁通入氨气至 $\text{pH}=9-11.5$ 左右,通过计量泵往加压合成釜内加入氯乙酸水溶液,氯乙酸水溶液在加压合成釜底部分布器均匀分布后与氨分布器出来的氨气进行均相反应,控制反应温度、终点 pH 、反应时间和反应压力。将合成反应液转入萃取釜中经甲醇萃取、降温、离心、干燥得到工业级甘氨酸产品。该工艺的实施主要由甘氨酸加压合成釜、水计量罐、乌洛托品计量罐、氯乙酸计量罐、氯乙酸计量泵、甘氨酸萃取釜、甘氨酸离心机、离心母液罐等设备及管线组成。

[0008] 为实现本发明的目的,本发明采取上述装置,包括以下设备及管线(见附图1)。

[0009] 一种水相法生产甘氨酸的装置,氯乙酸计量罐通过氯乙酸计量泵与加压合成釜连接;

[0010] 氨气管线依次通过氨气质量流量计、氨气自动调节阀与加压合成釜连接;氨气自动调节阀与加压合成釜压力连锁;釜通氨管上装有自动调节阀与釜压力连锁以精确控制釜内压力,同时氨气泄压至另一只合成釜内,充分利用氨尾气。

[0011] 加压合成釜底部与萃取釜顶部连接;

[0012] 萃取釜底部与甘氨酸离心机连接。

[0013] 所述的加压合成釜内设置有上层桨与底层桨组合成的新型搅拌器;

[0014] 所述的上层桨为三叶KCX桨,桨叶直径700-780mm,叶片宽度为200-350mm;

[0015] 所述的底层桨为六叶半椭圆管涡轮桨HEDT圆盘涡轮桨,圆盘直径400-500mm,桨径500-700mm,桨叶长180-250mm、高100-180mm;

[0016] 底层桨离底距离为200-300mm,两层桨间距为600-800mm。

[0017] 加压合成釜上部通过管线与水计量罐、乌洛托品计量罐连接;加压合成釜夹套进出口连接有循环水进出管线。

[0018] 加压合成釜底部安装有氨气分布器、氯乙酸水溶液分布器;氨气分布器、氯乙酸水溶液分布器上均匀分布90-120个1-3mm的圆孔,开孔向下,分布器离底距离120-200mm。

[0019] 萃取釜及甘氨酸离心机上分别设置有甲醇溶液进入管;萃取釜夹套进出口连接有循环水进出管线。

[0020] 特别声明:应当理解,所述的甘氨酸不论以何种方式合成,只要将加压反应釜及工艺、三叶KCX与六叶HEDT组合的搅拌器应用于甘氨酸的合成,其均在本发明专利的保护范围之内。

[0021] 一种水相法生产甘氨酸的工艺,采用所述的装置,包括如下步骤:

[0022] (1) 在加压合成釜中加入水和催化剂乌洛托品后,开启搅拌器,通过自动调节阀与加压反应釜内压力连锁通入氨气,再通过计量泵往加压合成釜内加入氯乙酸水溶液;

[0023] (2) 氯乙酸水溶液与氨气在加压合成釜底部进行均相反应,控制反应温度、终点 pH 、反应时间和反应压力;将合成反应液转入萃取釜中经甲醇萃取、降温、离心、干燥得到甘氨酸产品。

[0024] 所述的步骤(1)中,所述的搅拌器包括上层桨三叶KCX桨及底层桨六叶半椭圆管涡轮桨HEDT圆盘涡轮桨;上、下两层桨的搅拌速度为90-130rpm。

[0025] 所述的步骤(1)中通入氨气后使加压合成釜内pH调节至9-11.5,进一步优选为9-11,进一步优选为9-10。

[0026] 氯乙酸水溶液与氨气分别经分布器分布均匀后接触反应;所述氨气泡直径为0.0051-0.0055m,平均气含率为0.071-0.075,体积传质系数为 $0.293-0.301(s^{-1})$ 。所述氯乙酸液体直径为0.0055-0.0059m,平均液含率为0.085-0.091,体积传质系数为 $0.352-0.459(s^{-1})$ 。

[0027] 加压合成釜压力控制在0.2-0.3Mpa(表压)。

[0028] 所述的萃取:将合成反应液放入K10000L萃取釜后,分别以200~300L/h、1000~1200L/h和4000~4500L/h进行滴加甲醇、慢加甲醇和快加甲醇,加甲醇过程中调整萃取釜搅拌转速,用低温水对萃取釜内物料进行降温。

[0029] 所述的离心:待甲醇加入量达到指标要求,萃取液温度降至30℃以下15min后,离心得到甘氨酸,采用甲醇洗料后可得到合格的甘氨酸产品。

[0030] 本发明的技术方案具有如下有益效果:

[0031] (1)相比于常压合成收率不到84%,在水相中加压合成甘氨酸的收率超过89%,收率提高5%及以上。

[0032] (2)加压反应活性明显提高,乌洛托品消耗可节约20%及以上,可适当降低反应温度,母液颜色呈淡黄色。

[0033] (3)采用本申请的新型搅拌器和分布器,微观上可以控制氨气泡直径为0.0051-0.0055m,平均气含率为0.071-0.075,体积传质系数为 $0.293-0.301(s^{-1})$ 。在这一条件下,可以使氨气利用率提高12%,氨气消耗降低12%。

[0034] 另外微观上氯乙酸液体直径为0.0055-0.0059m,体积传质系数为 $0.352-0.459(s^{-1})$,能够使宏观上氯乙酸消耗降低100kg/批次。

[0035] (4)将现有的一氯乙酸进料管末端设置一个圆环形液体分布器,位于底层桨浆区附近,大幅提高一氯乙酸的分散效果,降低副产物氨二乙酸和氨三乙酸的产生。

[0036] 本发明的主要创新点:低温、加压反应、优化搅拌器和分布器合成甘氨酸的思路,甘氨酸的平均收率超过89%。

附图说明

[0037] 图1为本发明的一种水相法生产甘氨酸的工艺和装置简图。

[0038] 图2为分布器内部结构图。

[0039] 图3为本发明的组合式搅拌器示意图。

[0040] 图4为三叶KCX桨主视图。

[0041] 图5为六叶半椭圆管涡轮桨HEDT圆盘涡轮桨主视图。

[0042] 图6为两种不同优化后的甘氨酸合成釜结构(a:优化方案1,b:优化方案2)。

[0043] 图7为甘氨酸合成釜气泡直径分布(a:现有,b:优化方案1,c:优化方案2)。

[0044] 其中,1.加压合成釜;2.水计量罐;3.乌洛托品计量罐;4.氯乙酸计量罐;5.氯乙酸计量泵;6.萃取釜;7.甘氨酸离心机;8.氨气质量流量计;9.氨气调节阀;10.组合式搅拌器;11.氨气分布器;12.氯乙酸分布器,13.搅拌杆,14.三叶KCX桨,14-1.翼型轴流桨,15.六叶半椭圆管涡轮桨HEDT圆盘涡轮桨,15-1.六叶HEDT圆盘涡轮桨,16.氨气通入管,17.氯乙酸

通入管,18-1.循环水出,18-2.循环水进,19-1.冷却水出,19-2.冷却水进,20.甲醇洗料通入管。

具体实施方式

[0045] 用本发明的实施例来进一步说明本发明的实质性内容,但不以此来限定本发明:实施例1

[0046] 一种加压合成釜,加压合成釜1的底部安装有氨气分布器11和氯乙酸分布器12,分别用于通入氨气及氯乙酸。其中氨气分布器11为氨气圆环形气体分布器,氯乙酸分布器12为氯乙酸溶液的圆环形液体分布器。

[0047] 两个圆环形气体分布器上均匀分布120个3mm的圆孔,且开孔向下。

[0048] 氨气圆环形气体分布器位于氯乙酸溶液的圆环形液体分布器下部,间距为200mm,氯乙酸溶液的圆环形液体分布器距离底距离120mm。现有气体分布器为1/3~1/2段环形管,试验中发现这样会导致合成釜底部气体分布不均匀。

[0049] 加压合成釜内安装有组合式搅拌器,组合式搅拌器包括上层桨及底层桨。其中,上层桨为三叶KCX桨14,桨叶直径720mm,叶片宽度为280mm,底层桨为六叶半椭圆管涡轮桨HEDT圆盘涡轮桨15,圆盘直径440mm,桨径650mm,桨叶长210mm、高130mm,底层桨离底距离为250mm,两层桨间距为720mm,如图2-5所示。

[0050] 本发明中,所述的加压合成釜内有三叶KCX与六叶HEDT组合的新型搅拌器;该新型搅拌器的选择经过试验得到验证。将现有气体分布器改成圆环形气体分布器,同时将合成釜底层桨改成有利于氨气分散的径向流桨。

[0051] 优化方案1:圆环形气体分布器圆环直径520mm,均匀分布90个3mm的圆孔,开孔向下,分布器离底距离120mm。上层桨为现有翼型轴流桨14-1,桨径720mm,叶片宽180mm,底层桨改为六叶HEDT圆盘涡轮桨16-1(该六叶HEDT圆盘涡轮桨15-1同六叶半椭圆管涡轮桨HEDT圆盘涡轮桨15),圆盘直径440mm,桨径650mm,桨叶长210mm、高85mm,底层桨离底距离为250mm,两层桨间距为720mm,采用优化方案1的合成釜结构如图6a所示。

[0052] 优化方案2:圆环形气体分布器圆环直径520mm,均匀分布90个3mm的圆孔,开孔向下,分布器离底距离120mm。上层桨为三叶KCX桨,桨叶直径720mm,叶片宽度为280mm,底层桨为六叶HEDT圆盘涡轮桨,圆盘直径440mm,桨径650mm,桨叶长210mm、高130mm,底层桨离底距离为250mm,两层桨间距为720mm,采用优化方案2的合成釜结构如图6b所示。

[0053] 现有结构方案:上层桨、底层桨均为翼型轴流桨,其他参数同优化方案1。

[0054] 实施例2

[0055] 一种水相法生产甘氨酸的装置,氯乙酸计量罐4通过氯乙酸计量泵5与加压合成釜1连接;氨气管线依次通过氨气质量流量计8、氨气自动调节阀9与加压合成釜1连接;氨气自动调节阀9与加压合成釜1压力连锁;加压合成釜1底部与萃取釜6顶部连接;萃取釜6底部与甘氨酸离心机7连接。加压合成釜1上部通过管线与水计量罐2、乌洛托品计量罐3连接;加压合成釜1夹套进出口连接循环水进出管线。加压合成釜1底部安装有氨气分布器11、氯乙酸水溶液分布器12。萃取釜6及甘氨酸离心机7上分别设置有甲醇溶液进入管21;萃取釜6夹套进出口连接循环水进出管线。

[0056] 加压合成釜底部1安装有氨气圆环形气体分布器(即氨气分布器11)和氯乙酸溶液

的圆环形液体分布器(即氯乙酸分布器12),圆环形气体分布器圆环直径520mm,圆环均匀分布90个3mm的圆孔,开孔向下,分布器离底距离120mm。加压合成釜内安装有新型搅拌器,上层桨为三叶KCX桨(简称三叶KCX),桨叶直径720mm,叶片宽度为280mm,底层桨为六叶半椭圆管涡轮桨HEDT圆盘涡轮桨(简称六叶HEDT),圆盘直径440mm,桨径650mm,桨叶长210mm、高130mm,底层桨离底距离为250mm,两层桨间距为720mm,如图1-5所示。

[0057] 为进一步提高氨气的利用率,可在气体出口位置安装一个常闭自动控制阀门,当压力大于某一压力时(如0.2MPa,现有合成釜(如实施例1的现有技术方案)设计压力为0.6MPa),阀门自动打开以保证安全生产。

[0058] 将现有的一氯乙酸进料管末端设置一个圆环形液体分布器,位于底层桨桨区附近,以提高一氯乙酸的分散效果,降低副产物氨二乙酸和氨三乙酸的产生。

[0059] 实施例3

[0060] 采用实施例2的装置进行如下工艺:

[0061] 在K2500L合成釜中加入810kg水和640kg乌洛托品(干基160kg,25%wt)后,开启三叶KCX与六叶HEDT组合形式的搅拌器,搅拌转速为130转/分,通过自动调节阀与加压反应釜内压力连锁通入氨气至pH=9左右,通过计量泵往加压合成釜内加入氯乙酸水溶液1840kg(干基1380kg,75%wt),氯乙酸水溶液在加压合成釜底酸分布器均匀分布后与氨分布器出来的氨气进行均相反应,控制反应温度 $78 \pm 1^{\circ}\text{C}$ 、终点pH=6.0 $\pm$ 0.2(流量计显示用氨气560.75kg)、反应时间2h和反应压力0.2 $\pm$ 0.01Mpa(表压)。将合成反应液放入K10000L萃取釜后,分别以250L/h、1200L/h和4500L/h进行滴加甲醇、慢加甲醇和快加甲醇,用低温水对萃取釜内物料进行降温。待甲醇(92%wt)加入量达到8.5m³指标要求,萃取液温度降至30℃以下15min后,离心、洗料、烘干后得到甘氨酸980kg,主含量98.8%,氯离子含量0.32%,甘氨酸收率89.5%。折算每吨甘氨酸消耗乌洛托品163.3kg、消耗氨气572kg。

[0062] 针对实施例2的装置中,本申请针对加压合成釜内部的结构进行了设计,具体如实施例1所述。图7及表1为优化前后合成釜内氨气泡直径分布、平均气含率和传质系数比较。可以看出,采用优化后的组合桨结构和气体分布器后,优化方案1和2合成釜内气泡平均直径均变小,优化方案1和2合成釜内气含率分别提高22.92%和37.5%,传质系数分别提高30.82%和84.28%,表明优化后的合成釜内气液传质性能显著提高,采用优化方案2效果更好。

[0063] 表1优化前后合成釜内氨气泡平均直径、平均气含率和传质系数

[0064]	氨气泡直径 (m)	平均气含率	体积传质系数 (s ⁻¹)
现有结构方案	0.011	0.048	0.159
优化方案1	0.0083	0.059	0.208
优化方案2	0.0051	0.071	0.293

[0065] 实施例4

[0066] 采用实施例2的装置进行如下工艺:

[0067] 在K2500L合成釜中加入810kg水和640kg乌洛托品(干基160kg,25%wt)后,开启三叶KCX与六叶HEDT组合形式的新型搅拌器,搅拌转速为130转/分,通过自动调节阀与加压反应釜内压力连锁通入氨气至pH=9左右,通过计量泵往加压合成釜内加入氯乙酸水溶液1840kg(干基1380kg,75%wt),氯乙酸水溶液在加压合成釜底酸分布器均匀分布后与氨分

布器出来的氨气进行均相反应,控制反应温度 $78\pm 1^{\circ}\text{C}$ 、终点 $\text{pH}=6.0\pm 0.2$ (流量计显示用氨气532.35kg)、反应时间2h和反应压力(常压)。将合成反应液放入K10000L萃取釜后,分别以250L/h、1200L/h和4500L/h进行滴加甲醇、慢加甲醇和快加甲醇,加甲醇过程中调整萃取釜搅拌转速为25rpm,用低温水对萃取釜内物料进行降温。待甲醇(92%wt)加入量达到 8.5m^3 指标要求,萃取液温度降至 30°C 以下15min后,离心、洗料、烘干后得到甘氨酸910kg,主含量98.5%,氯离子含量0.36%,甘氨酸收率83.1,

[0068] 折算每吨甘氨酸消耗乌洛托品175.8kg、消耗氨气585kg。

[0069] 实施例5

[0070] 采用实施例2的装置进行如下工艺:

[0071] 在K2500L合成釜中加入870kg水和560kg乌洛托品(干基140kg,25%wt)后,开启三叶KCX与六叶HEDT组合形式的新型搅拌器,搅拌转速为130转/分,通过自动调节阀与加压反应釜内压力连锁通入氨气至 $\text{pH}=9$ 左右,通过计量泵往加压合成釜内加入氯乙酸水溶液1840kg(干基1380kg,75%wt),氯乙酸水溶液在加压合成釜底酸分布器均匀分布后与氨分布器出来的氨气进行均相反应,控制反应温度 $78\pm 1^{\circ}\text{C}$ 、 6.0 ± 0.2 (流量计显示用氨气562.6kg)、反应时间2h和反应压力 $0.2\pm 0.01\text{Mpa}$ (表压)。将合成反应液放入K10000L萃取釜后,分别以250L/h、1200L/h和4500L/h进行滴加甲醇、慢加甲醇和快加甲醇,加甲醇过程中调整萃取釜搅拌转速25rpm,用低温水对萃取釜内物料进行降温。待甲醇(92%wt)加入量达到 8.5m^3 指标要求,萃取液温度降至 30°C 以下15min后,离心、洗料、烘干后得到甘氨酸978.5kg,主含量99.1%,氯离子含量0.22%,甘氨酸收率89.3%。折算每吨甘氨酸消耗乌洛托品143.1kg、消耗氨气575kg。

[0072] 实施例6

[0073] 采用实施例2的装置进行如下工艺:

[0074] 在K2500L合成釜中加入810kg水和640kg乌洛托品(干基160kg,25%wt)后,开启三叶KCX与六叶HEDT组合形式的新型搅拌器,搅拌转速为130转/分,通过自动调节阀与加压反应釜内压力连锁通入氨气至 $\text{pH}=9$ 左右,通过计量泵往加压合成釜内加入氯乙酸水溶液1840kg(干基1380kg,75%wt),氯乙酸水溶液在加压合成釜底酸分布器均匀分布后与氨分布器出来的氨气进行均相反应,控制反应温度 $75\pm 1^{\circ}\text{C}$ 、 6.0 ± 0.2 (流量计显示用氨气555.8kg)、反应时间2h和反应压力 $0.2\pm 0.01\text{Mpa}$ (表压)。将合成反应液放入K10000L萃取釜后,分别以250L/h、1200L/h和4500L/h进行滴加甲醇、慢加甲醇和快加甲醇,用低温水对萃取釜内物料进行降温。待甲醇(92%wt)加入量达到 8.5m^3 指标要求,萃取液温度降至 30°C 以下15min后,离心、洗料、烘干后得到甘氨酸982kg,主含量99.0%,氯离子含量0.30%,甘氨酸收率89.7%。折算每吨甘氨酸消耗乌洛托品163kg、消耗氨气566kg。

[0075] 实施例7

[0076] 采用实施例1的装置进行如下工艺:

[0077] 在K2500L合成釜中加入930kg水和480kg乌洛托品(干基120kg,25%wt)后,开启三叶KCX与六叶HEDT组合形式的新型搅拌器,搅拌转速为130转/分,通过自动调节阀与加压反应釜内压力连锁通入氨气至 $\text{pH}=9$ 左右,通过计量泵往加压合成釜内加入氯乙酸水溶液1840kg(干基1380kg,75%wt),氯乙酸水溶液在加压合成釜底酸分布器均匀分布后与氨分布器出来的氨气进行均相反应,控制反应温度 $78\pm 1^{\circ}\text{C}$ 、 6.0 ± 0.2 (流量计显示用氨气

563.4kg)、反应时间2h和反应压力 0.2 ± 0.01 Mpa(表压)。将合成反应液放入K10000L萃取釜后,分别以250L/h、1200L/h和4500L/h进行滴加甲醇、慢加甲醇和快加甲醇,用低温水对萃取釜内物料进行降温。待甲醇(92%wt)加入量达到 8.5m^3 指标要求,萃取液温度降至 30°C 以下15min后,离心、洗料、烘干后得到甘氨酸915kg,主含量98.6%,氯离子含量0.32%,甘氨酸收率83.5%。折算每吨甘氨酸消耗乌洛托品131.1kg、消耗氨气615.7kg。

[0078] 实施例8

[0079] 采用实施例2的装置进行如下工艺:

[0080] 在K2500L合成釜中加入810kg水和640kg乌洛托品(干基160kg,25%wt)后,开启三叶KCX与六叶HEDT组合形式的新型搅拌器,搅拌转速为130转/分,通过自动调节阀与加压反应釜内压力连锁通入氨气至 $\text{pH}=9$ 左右,通过计量泵往加压合成釜内加入氯乙酸水溶液1840kg(干基1380kg,75%wt),氯乙酸水溶液在加压合成釜底酸分布器均匀分布后与氨分布器出来的氨气进行均相反应,控制反应温度 $70 \pm 1^\circ\text{C}$ 、 6.0 ± 0.2 (流量计显示用氨气545.8kg)、反应时间2h和反应压力 0.2 ± 0.01 Mpa(表压)。将合成反应液放入K10000L萃取釜后,分别以250L/h、1200L/h和4500L/h进行滴加甲醇、慢加甲醇和快加甲醇,用低温水对萃取釜内物料进行降温。待甲醇(92%wt)加入量达到 8.5m^3 指标要求,萃取液温度降至 30°C 以下15min后,离心、洗料、烘干后得到甘氨酸895kg,主含量98.9%,氯离子含量0.28%,甘氨酸收率81.7%。折算每吨甘氨酸消耗乌洛托品178.7kg、消耗氨气609.8kg。

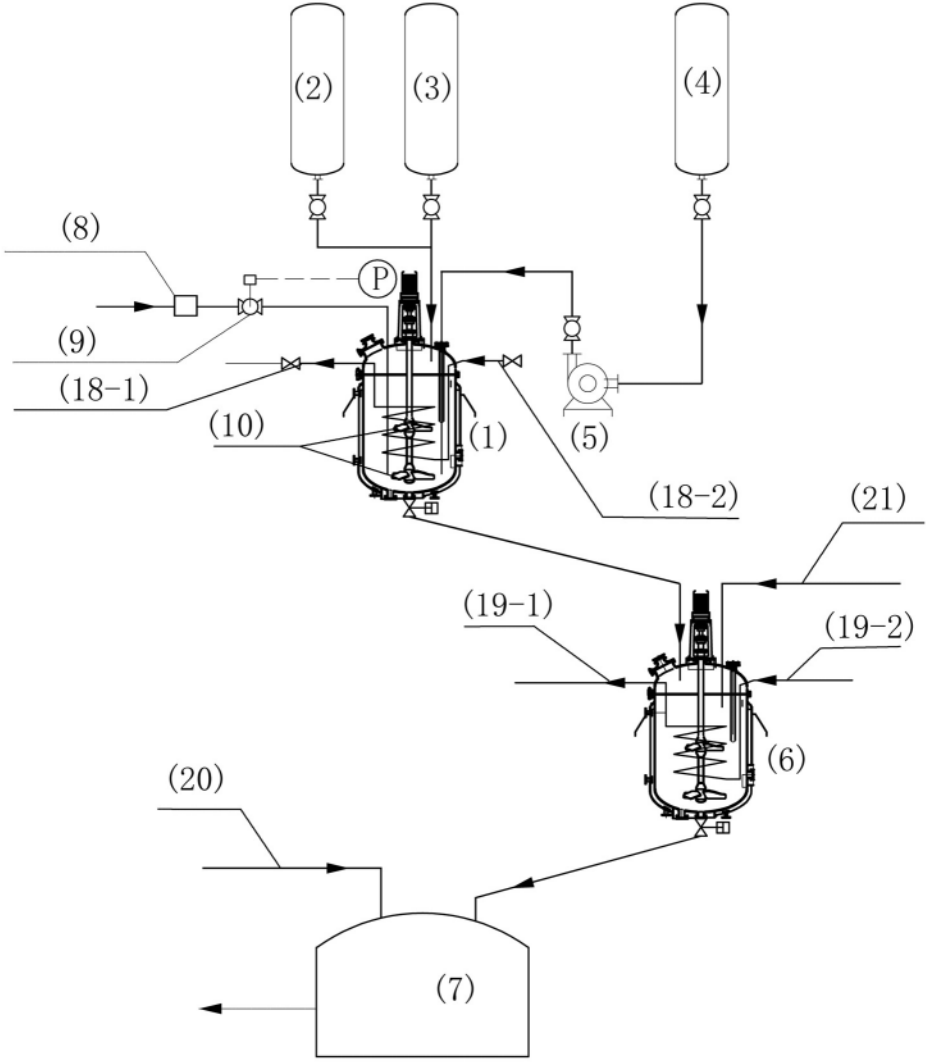


图1

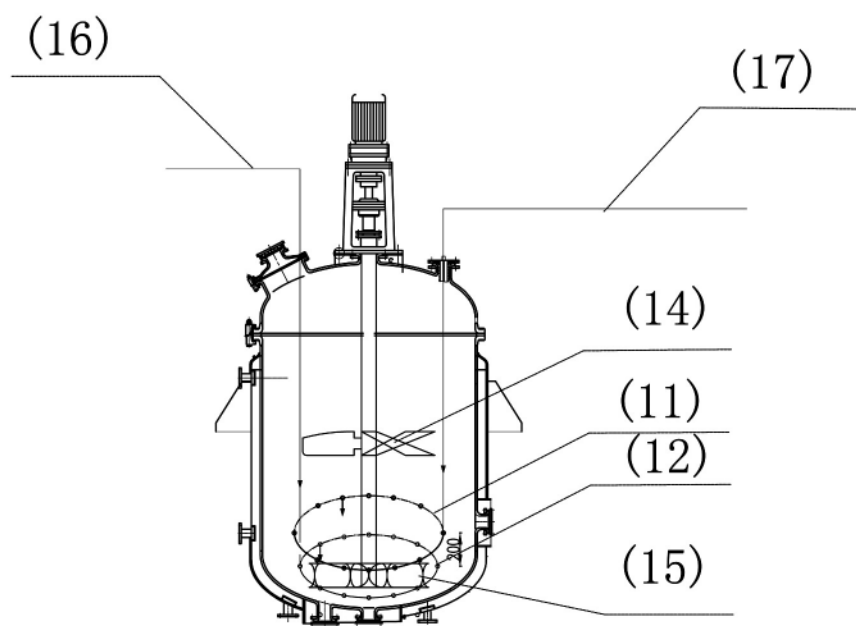


图2

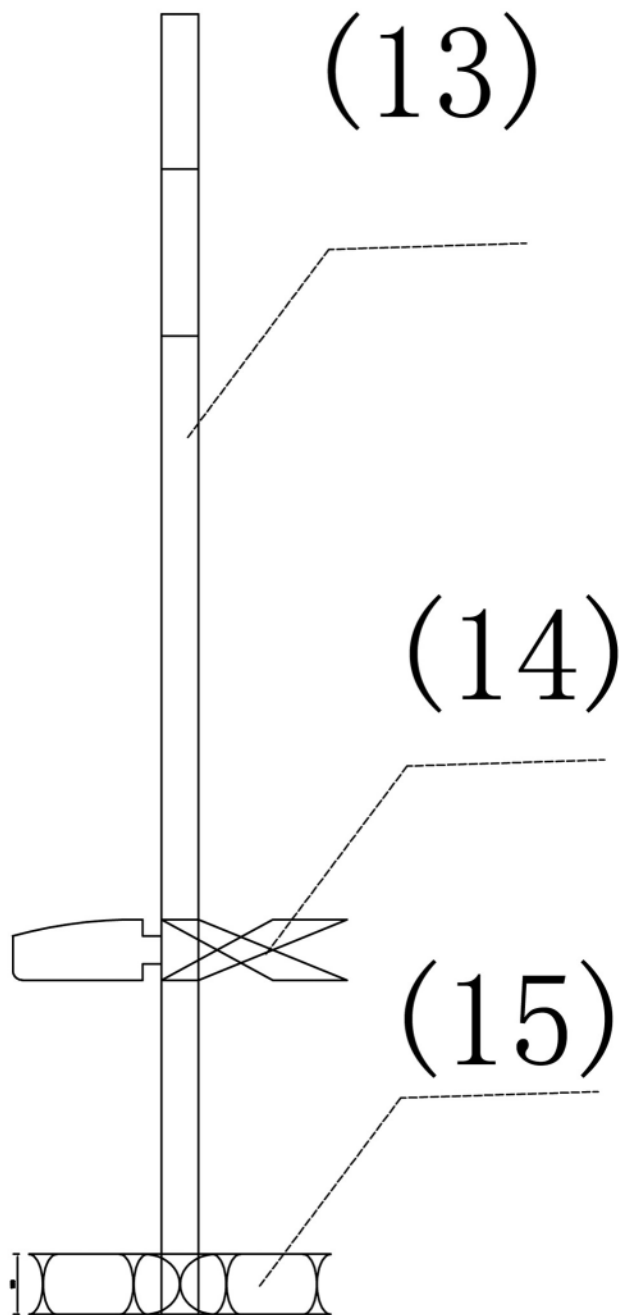


图3

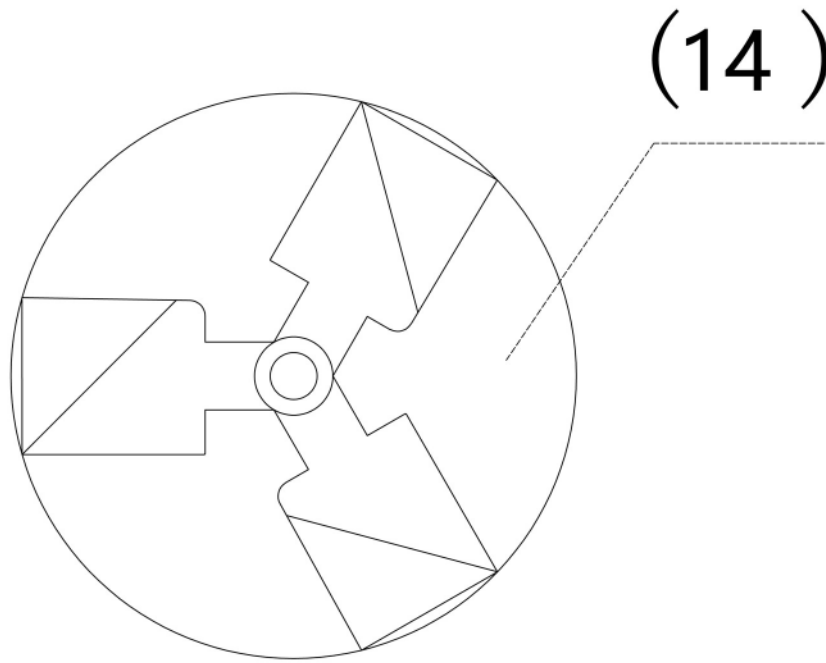


图4

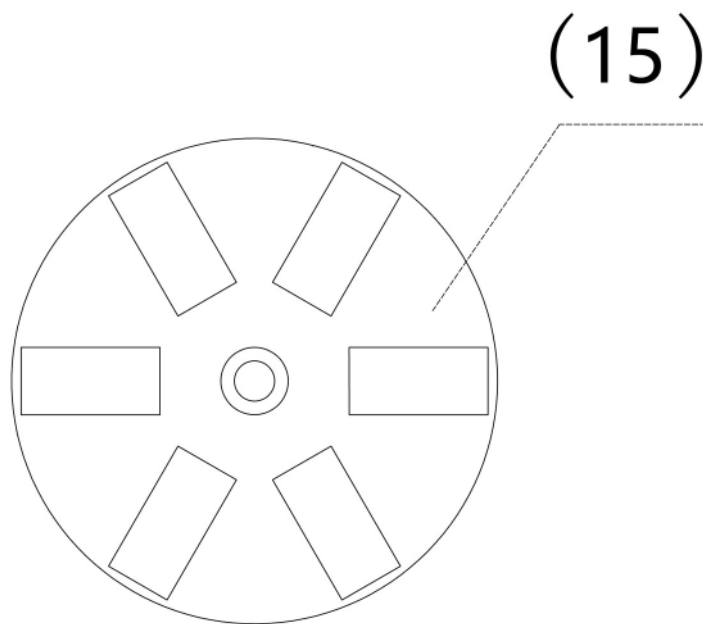


图5

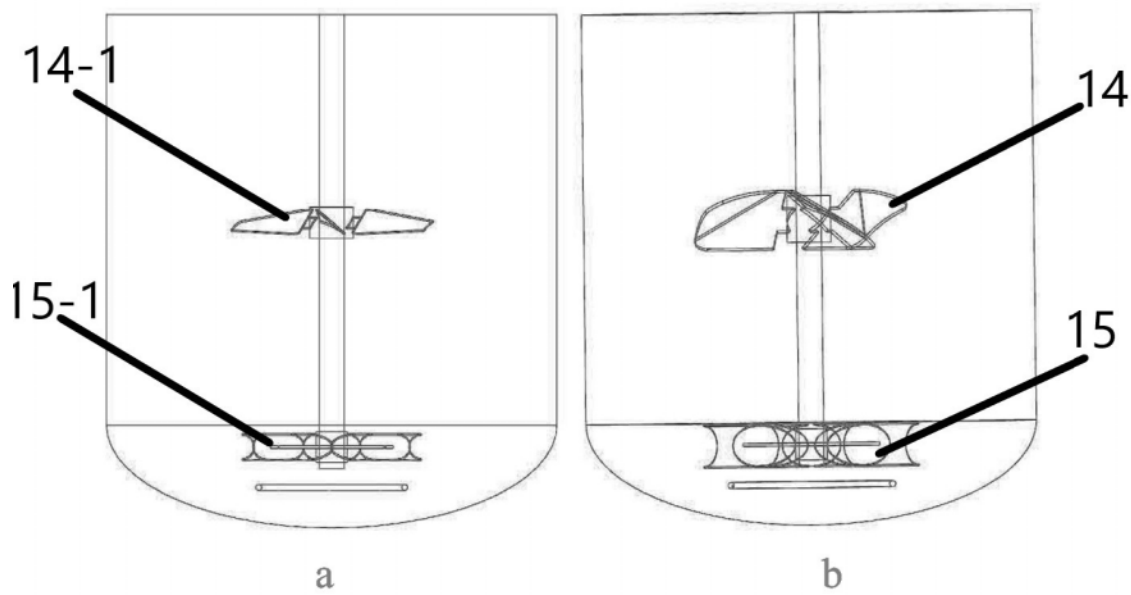


图6

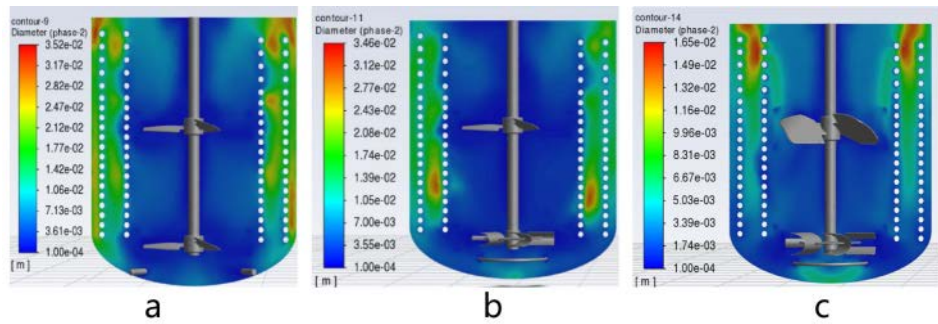


图7