



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 112250543 B

(45) 授权公告日 2023. 05. 09

(21) 申请号 202010983222.5

C07C 31/30 (2006.01)

(22) 申请日 2020.09.18

C07C 31/04 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

C01B 3/50 (2006.01)

申请公布号 CN 112250543 A

审查员 郝文哲

(43) 申请公布日 2021.01.22

(73) 专利权人 安徽金邦医药化工有限公司

地址 239200 安徽省滁州市来安县来安开
发区来安县经济开发区环城西路9号

(72) 发明人 余奋玉 周章凯 衡永刚

(74) 专利代理机构 合肥英特力知识产权代理事
务所(普通合伙) 34189

专利代理师 李伟

(51) Int.Cl.

C07C 29/70 (2006.01)

C07C 29/76 (2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54) 发明名称

一种药用原料甲醇钠的生产工艺

(57) 摘要

本发明涉及一种药用原料甲醇钠的生产工艺,包括在反应釜内按比例加入金属钠,搅拌条件下向反应釜内缓慢加入冷凝后的甲醇液体,并向反应釜内不断通入惰性气体;在常压下,金属钠和甲醇液体反应2-3h,彻底反应后,获得甲醇甲醇钠混合溶液;将步骤S2获得甲醇甲醇钠混合溶液保温过滤,获得滤渣和目标溶液,滤渣进入下一工序,目标溶液经负压蒸馏干燥后获得甲醇钠,排出的甲醇气体经冷凝再次进去反应釜中继续反应。本发明通过将原料金属钠制成熔融态或纳米级粉末,使金属钠与甲醇之间充分混合,从而使二者之间的反应更充分,反应速度加快,提高反应效率。

1. 一种药用原料甲醇钠的生产工艺,其特征在于,包括以下步骤:

步骤S1:在反应釜内按比例加入金属钠,搅拌条件下向反应釜内缓慢加入冷凝后的甲醇液体,并向反应釜内不断通入惰性气体;

步骤S2:在常压下,金属钠和甲醇液体反应2-3h,彻底反应后,获得甲醇甲醇钠混合溶液;

步骤S3:将步骤S2获得甲醇甲醇钠混合溶液保温过滤,获得滤渣和目标溶液,滤渣进入下一工序,目标溶液经负压蒸馏干燥后获得甲醇钠,排出的甲醇气体经冷凝再次进去反应釜中继续反应;

还包括步骤S4:所述步骤S3中获得的滤渣再次导入到步骤S1中,继续反应,反应中排出的混合气体经冷凝分离后回收甲醇,导入步骤S1中继续反应,分离出的氢气提纯后回收利用;

所述步骤S1中金属钠与甲醇的质量比为1:10-12,所述惰性气体为氮气或氩气,所述惰性气体直接通入反应液体里面;

所述步骤S1中的金属钠为纳米粉末状,所述纳米粉末状金属钠的粒径为500-1000nm;

所述步骤S2的反应温度为80-90℃。

一种药用原料甲醇钠的生产工艺

技术领域

[0001] 本发明属于甲醇钠制备工艺领域，具体涉及一种药用原料甲醇钠的生产工艺。

背景技术

[0002] 甲醇钠是最基本的醇钠，主要用于医药、农药的合成中间体原料，还可作生产食用油和生物柴油的催化剂以及分析试剂，市场前景良好。目前国内甲醇钠的生产方法主要有碱法和金属钠法，均已实现大规模工业化。金属钠法是指金属钠直接和醇作用生产醇钠和氢气，此法工艺简单，产品纯度高，设备投资少。但生产过程极不安全，且金属钠价格昂贵。碱法是指氢氧化钠与甲醇反应生成甲醇钠和水，此方法原料易得，成本较低，且操作安全性好，但该反应时一个强可逆反应，需要不断移去生成的水才能持续向产物方向进行，生产上采用反应精馏的办法。由于反应不完全，产品中往往含有氢氧化钠杂质，氢氧化钠在参与医药合成反应时常起副作用，它能够分解反应物和产物中的酯，因此甲醇钠中的氢氧化钠要控制在较低的范围，而碱法生产的产品往往难以达到这一要求，这是制约碱法生产主要的瓶颈所在。另外，水分移除及甲醇的回收耗能巨大，这也是碱法生产的不足之处。

[0003] 目前采用钠法制甲醇钠更为简便，但采用钠法制备的甲醇钠纯度需要进一步提高，且过程中的金属钠易残留，其他的原料得不到充分的利用。因此，开发和提供一种能够解决上述问题的甲醇钠的生产工艺具有重要的现实意义。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于为了解决上述问题而提供一种方法简单，设计合理的药用原料甲醇钠的生产工艺。

[0005] 本发明通过以下技术方案来实现上述目的：

[0006] 一种药用原料甲醇钠的生产工艺，包括以下步骤：

[0007] 步骤S1：在反应釜内按比例加入金属钠，搅拌条件下向反应釜内缓慢加入冷凝后的甲醇液体，并向反应釜内不断通入惰性气体；

[0008] 步骤S2：在常压下，金属钠和甲醇液体反应2-3h，彻底反应后，获得甲醇甲醇钠混合溶液；

[0009] 步骤S3：将步骤S2获得甲醇甲醇钠混合溶液保温过滤，获得滤渣和目标溶液，滤渣进入下一工序，目标溶液经负压蒸馏干燥后获得甲醇钠，排出的甲醇气体经冷凝再次进入反应釜中继续反应。

[0010] 作为本发明的进一步优化方案，所述步骤S3中获得的滤渣再次导入到步骤S1中，继续反应，反应中排出的混合气体经冷凝分离后回收甲醇，导入步骤S1中继续反应，分离出的氢气提纯后回收利用。

[0011] 作为本发明的进一步优化方案，所述步骤S1中金属钠与甲醇的质量比为1:10-12，所述惰性气体为氮气或氩气，所述惰性气体直接通入反应液体里面。

[0012] 作为本发明的进一步优化方案,所述步骤S1中的金属钠为熔融态或纳米粉末状,所述纳米粉末状金属钠的粒径为500-1000nm。

[0013] 作为本发明的进一步优化方案,所述步骤S2的反应温度为80-90℃。

[0014] 本发明的有益效果在于:

[0015] 1) 本发明通过将原料金属钠制成熔融态或纳米级粉末,使金属钠与甲醇之间充分混合,从而使二者之间的反应更充分,反应速度加快,提高反应效率;

[0016] 2) 本发明通过向反应液体中通入惰性气体,在保持反应釜内稳定外,还能对反应液起到搅拌的作用,使反应充分,提高反应效率,使金属钠能完全反应;

[0017] 3) 本发明通过回收滤渣,可对反应釜中未反应的金属钠进行再次利用,避免原料的浪费,提高原料的利用率,降低成本;

[0018] 4) 本发明通过对反应中排出的混合气体进行冷却回收,将气体甲醇回收继续利用,减少甲醇原料的浪费,且将分离出来的氢气纯化后回收利用,实现资源合理利用;

[0019] 5) 本发明在对甲醇甲醇钠溶液分离后,对获得的甲醇也回收利用,提高原料甲醇的利用率,减少浪费,节能环保,降低成本;

[0020] 6) 本发明方法简单,稳定性高,设计合理,便于实现。

具体实施方式

[0021] 下面对本申请作进一步详细描述,有必要在此指出的是,以下具体实施方式只用于对本申请进行进一步的说明,不能理解为对本申请保护范围的限制,该领域的技术人员可以根据上述申请内容对本申请作出一些非本质的改进和调整。

[0022] 实施例1

[0023] 一种药用原料甲醇钠的生产工艺,包括以下步骤:

[0024] 步骤S1:在反应釜内按固液质量比为1:10,加入熔融态金属钠,搅拌条件下向反应釜内缓慢加入冷凝后的甲醇液体,并向反应釜内的反应液中不断通入氮气;

[0025] 步骤S2:在80℃常压下,金属钠和甲醇液体反应3h,彻底反应后,获得甲醇甲醇钠混合溶液;

[0026] 步骤S3:将步骤S2获得甲醇甲醇钠混合溶液保温过滤,获得滤渣和目标溶液,滤渣进入下一工序,目标溶液经负压蒸馏干燥后获得甲醇钠,排出的甲醇气体经冷凝再次进入反应釜中继续反应;

[0027] 步骤S4:步骤S3中获得的滤渣再次导入到步骤S1中,继续反应,反应中排出的混合气体经冷凝分离后回收甲醇,导入步骤S1中继续反应,分离出的氢气提纯后回收利用。

[0028] 实施例2

[0029] 一种药用原料甲醇钠的生产工艺,包括以下步骤:

[0030] 步骤S1:在反应釜内按固液质量比为1:11,加入熔融态金属钠,搅拌条件下向反应釜内缓慢加入冷凝后的甲醇液体,并向反应釜内的反应液中不断通入氮气;

[0031] 步骤S2:在85℃常压下,金属钠和甲醇液体反应2.5h,彻底反应后,获得甲醇甲醇钠混合溶液;

[0032] 步骤S3:将步骤S2获得甲醇甲醇钠混合溶液保温过滤,获得滤渣和目标溶液,滤渣进入下一工序,目标溶液经负压蒸馏干燥后获得甲醇钠,排出的甲醇气体经冷凝再次进

去反应釜中继续反应；

[0033] 步骤S4:步骤S3中获得的滤渣再次导入到步骤S1中,继续反应,反应中排出的混合气体经冷凝分离后回收甲醇,导入步骤S1中继续反应,分离出的氢气提纯后回收利用。

[0034] 实施例3

[0035] 一种药用原料甲醇钠的生产工艺,包括以下步骤:

[0036] 步骤S1:在反应釜内按固液质量比为1:12,加入粒径为500nm的粉末状金属钠,搅拌条件下向反应釜内缓慢加入冷凝后的甲醇液体,并向反应釜内的反应液中不断通入氩气;

[0037] 步骤S2:在90℃常压下,金属钠和甲醇液体反应2h,彻底反应后,获得甲醇甲醇钠混合溶液;

[0038] 步骤S3:将步骤S2获得甲醇甲醇钠混合溶液保温过滤,获得滤渣和目标溶液,滤渣进入下一工序,目标溶液经负压蒸馏干燥后获得甲醇钠,排出的甲醇气体经冷凝再次进去反应釜中继续反应;

[0039] 步骤S4:步骤S3中获得的滤渣再次导入到步骤S1中,继续反应,反应中排出的混合气体经冷凝分离后回收甲醇,导入步骤S1中继续反应,分离出的氢气提纯后回收利用。

[0040] 实施例4

[0041] 一种药用原料甲醇钠的生产工艺,包括以下步骤:

[0042] 步骤S1:在反应釜内按固液质量比为1:11,加入粒径为1000nm的粉末状金属钠,搅拌条件下向反应釜内缓慢加入冷凝后的甲醇液体,并向反应釜内的反应液中不断通入氮气;

[0043] 步骤S2:在85℃常压下,金属钠和甲醇液体反应2.5h,彻底反应后,获得甲醇甲醇钠混合溶液;

[0044] 步骤S3:将步骤S2获得甲醇甲醇钠混合溶液保温过滤,获得滤渣和目标溶液,滤渣进入下一工序,目标溶液经负压蒸馏干燥后获得甲醇钠,排出的甲醇气体经冷凝再次进去反应釜中继续反应;

[0045] 步骤S4:步骤S3中获得的滤渣再次导入到步骤S1中,继续反应,反应中排出的混合气体经冷凝分离后回收甲醇,导入步骤S1中继续反应,分离出的氢气提纯后回收利用。

[0046] 对比例1

[0047] 一种药用原料甲醇钠的生产工艺,包括以下步骤:

[0048] 步骤S1:在反应釜内按固液质量比为1:11,加入金属钠,搅拌条件下向反应釜内缓慢加入冷凝后的甲醇液体,并向反应釜内的反应液中不断通入氮气;

[0049] 步骤S2:在85℃常压下,金属钠和甲醇液体反应2.5h,彻底反应后,获得甲醇甲醇钠混合溶液;

[0050] 步骤S3:将步骤S2获得甲醇甲醇钠混合溶液保温过滤,获得滤渣和目标溶液,滤渣进入下一工序,目标溶液经负压蒸馏干燥后获得甲醇钠,排出的甲醇气体经冷凝再次进去反应釜中继续反应;

[0051] 步骤S4:步骤S3中获得的滤渣再次导入到步骤S1中,继续反应,反应中排出的混合气体经冷凝分离后回收甲醇,导入步骤S1中继续反应,分离出的氢气提纯后回收利用。

[0052] 对比例2

[0053] 一种药用原料甲醇钠的生产工艺,包括以下步骤:

[0054] 步骤S1:在反应釜内按固液质量比为1:11,加入熔融态金属钠,搅拌 条件下向反应釜内缓慢加入冷凝后的甲醇液体,并向反应釜内通入氮气;

[0055] 步骤S2:在85℃常压下,金属钠和甲醇液体反应2.5h,彻底反应后,获得甲醇甲醇钠混合溶液;

[0056] 步骤S3:将步骤S2获得甲醇甲醇钠混合溶液保温过滤,获得滤渣和 目标溶液,滤渣进入下一工序,目标溶液经负压蒸馏干燥后获得甲醇钠,排出的甲醇气体经冷凝再次进去反应釜中继续反应;

[0057] 步骤S4:步骤S3中获得的滤渣再次导入到步骤S1中,继续反应,反 应中排出的混合气体经冷凝分离后回收甲醇,导入步骤S1中继续反应,分 离出的氢气提纯后回收利用。

[0058] 检测实施例1-4和对比例1和2获得液态甲醇钠和干燥后的甲醇钠固体 样品的总碱含量、甲醇钠含量、游离碱含量、碳酸钠含量以及总产率,其 结果如下表1所示:

样品 含量 (%)		总碱 (%)	甲醇钠 (%)	游离碱 (%)	碳酸钠 (%)	总产率 (%)
[0059]	实施例 1	99.3	98.9	1.0	0.27	99.4
	实施例 2	99.5	99.6	0.9	0.25	99.8
	实施例 3	99.7	99.7	1.1	0.30	99.6
	实施例 4	99.6	98.8	0.8	0.28	99.7
[0060]	对比例 1	99.0	96.3	1.5	0.35	97.2
	对比例 2	98.9	95.8	1.6	0.34	96.9
	实施例 1	/	30.7	/	/	/
	实施例 2	/	30.2	/	/	/
	实施例 3	/	30.9	/	/	/
	实施例 4	/	30.4	/	/	/
	对比例 1	/	26.1	/	/	/
	对比例 2	/	25.9	/	/	/

[0061] 上表结果表明:当使用熔融态或纳米粉末状的金属钠参加反应时,在 一定程度上

能够促进甲醇与金属钠的反应,使二者充分反应,相应的,总碱含量也在标准之上,而对比例1的总碱含量略低于标准值;此外,采用本发明的工艺制备的甲醇钠固体的甲醇钠含量均在98%以上,而对比例1中的金属钠制备的额甲醇钠的含量要低于粉末状或熔融态金属钠;对比例2与实施例之间的区别在于,在合成甲醇钠的工艺中,并没有将氮气气体通入反应液内部,对反应液起到搅拌作用,因此实施例1-4相对于对比例2来说,其总碱、甲醇钠、游离碱、碳酸钠的含量均为标准值,而对比例2的值为标准值的范围之外;采用粉末金属钠和氮气搅拌合成的甲醇钠的总产率也高于对比例1和对比例2。

[0062] 本发明还对液体甲醇钠样品进行了检测,发现实施例1-4的甲醇钠液体的甲醇钠含量比对比例1和2的高,且在标准值范围内,这是由于实施例1-4的工艺中采用了粉末状或熔融态金属钠,且利用氮气搅拌,能使金属钠和甲醇充分混合,反应充分彻底,进而使得该工艺获得的甲醇钠样品纯度更高。

[0063] 以上所述实施例仅表达了本发明的几种实施方式,其描述较为具体和详细,但不能因此而理解为本发明专利范围的限制。应当指出的是,对于本领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明构思的前提下,还可以做出若干变形和改进,这些都属于本发明的保护范围。