



(12) 实用新型专利

(10) 授权公告号 CN 212610366 U

(45) 授权公告日 2021.02.26

(21) 申请号 202021197420.0

(22) 申请日 2020.06.24

(73) 专利权人 山东泰和水处理科技股份有限公司

地址 277100 山东省枣庄市市中区十里泉
东路1号

(72) 发明人 程终发

(74) 专利代理机构 济南泉城专利商标事务所
37218

代理人 崔振旺

(51) Int.Cl.

C07C 213/02 (2006.01)

C07C 215/40 (2006.01)

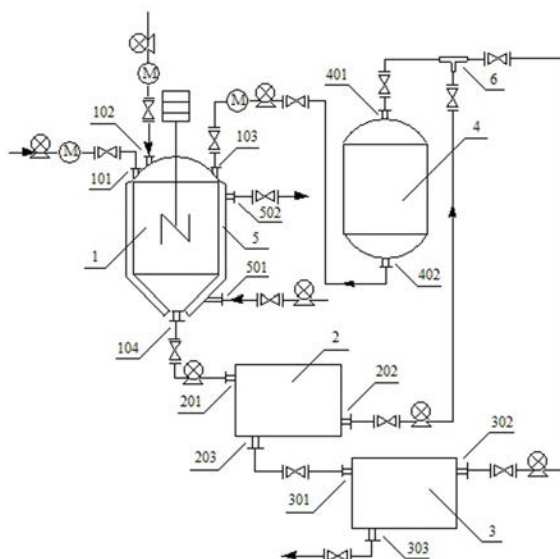
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 实用新型名称

双季铵盐中间体的合成装置

(57) 摘要

本实用新型涉及化工设备技术领域,特别涉及一种双季铵盐中间体的合成装置。本实用新型的技术方案为:包括反应釜、离心机、负压干燥机和母液中转罐,其特征是,所述反应釜上端设有醇进口、叔胺进口和母液进口,下端设有出料口,外壁设有管壳式恒温换热器,离心进料口与反应釜出料口通过管线连接;干燥机进料口与离心下料口通过管线连接,所述干燥机出料口连接包装机;中转罐进口与分别与离心出液口和干燥机出气口通过三通和管线连接,所述中转罐出口与反应釜的母液进口通过管线连接。本装置用连续投料出料的方式实现连续化生产;本装置所用溶剂及未反应原料均可回收再用,无三废产生,绿色环保。



1. 一种双季铵盐中间体的合成装置, 包括反应釜(1)、离心机(2)、负压干燥机(3)和母液中转罐(4), 其特征是, 所述反应釜上端设有醇进口(101)、叔胺进口(102)和母液进口(103), 下端设有出料口(104), 外壁设有管壳式恒温换热器(5);

所述离心机包括离心进料口(201)、离心出液口(202)和离心下料口(203), 所述离心进料口(201)与反应釜出料口(104)通过管线连接;

真空干燥机包括干燥机进料口(301)、干燥机出气口(302)和干燥机出料口(303), 所述干燥机进料口(301)与离心下料口(203)通过管线连接, 所述干燥机出料口(303)连接包装机;

母液中转罐上端设有中转罐进口(401), 下端设有中转罐出口(402), 所述中转罐进口(401)与分别与离心出液口(202)和干燥机出气口(302)通过三通(6)和管线连接, 所述中转罐出口(402)与反应釜的母液进口(103)通过管线连接。

2. 根据权利要求1所述的双季铵盐中间体的合成装置, 其特征在于, 醇进口(101)连接二氯丙醇储罐和丙酮储罐, 所述叔胺进口(102)连接叔胺储罐, 所述反应釜下端为锥型结构, 内壁铸有螺旋状纹路, 其外壁的管壳式恒温换热器下端进水口(501)与热水供水管道通过管线连接, 并串联有阀门和循环泵, 上端出水口(502)与热水回水管道通过管线连接, 并串联有阀门。

3. 根据权利要求1所述的双季铵盐中间体的合成装置, 其特征在于, 所述反应釜的醇进口、叔胺进口和母液进口与相应设备连接的管线上均串联有单向阀、电子流量计和传输泵, 所述反应釜出料口与离心机离心进料口连接的管线上串联有单向阀和传输泵。

4. 根据权利要求1所述的双季铵盐中间体的合成装置, 其特征在于, 所述三通左端出口与母液中转罐进口连接的管线上串联有单向阀, 三通右端进口与真空干燥机出气口连接的管线上串联有单向阀和真空泵, 三通下进口与离心机离心出液口连接的管线上串联有阀门和传输泵, 其余管线均串联有阀门。

5. 根据权利要求1所述的双季铵盐中间体的合成装置, 其特征在于, 所述离心机和真空干燥机设有多组并联。

双季铵盐中间体的合成装置

技术领域

[0001] 本实用新型涉及化工设备技术领域,特别涉及一种双季铵盐中间体的合成装置。

背景技术

[0002] 近年来,双季铵盐表面活性剂由于其具有低毒、广泛的生物活性和良好的水溶性等特点受到广泛关注。其中,不对称双季铵盐,由于其所具备的不对称性、高表面活性及独特的物化性质,广发应用于杀菌剂、新型分子筛的合成等领域,性能优异。

[0003] 目前,不对称双季铵盐的合成研究已取得一定成就,主要是以环氧氯丙烷或短链的二卤代烷为连接基,与不同型号的二甲基叔胺进行反应合成。如余宗学等用环氧氯丙烷和二甲基叔胺生成中间体,再与长链油酸咪唑啉反应生成不对称双季铵盐;王留成等用1,2-二溴乙烷和二甲基叔胺在异丙醇条件下,合成了一种C10-C2-C12型不对称双季铵盐表面活性剂(郑州大学学报,2010)。除此之外,研究人员也给出其他一些合成途径。如专利CN104211620B使用二磺酸酯与叔胺反应生成不对称双季铵盐;专利CN106674017B先用长链卤代烷烃和中长链的二叔胺反应生成中间体,再与短链卤代烷烃反应生成不对称双季铵盐。

[0004] 要合成高含量的不对称双季铵盐,必须控制中间体的转化程度,在保证大量中间体产生的同时,避免继续反应生成对称双季铵盐。环氧氯丙烷由于其不同的反应活性基团,能很好的控制中间体的产生,但其对人健康的危害性大,且化学性质活泼,容易引起火灾和爆炸。在生产安全和职业健康角度,应选用更加安全健康的连接基进行反应。

发明内容

[0005] 针对上述问题的不足,本发明提供了一种双季铵盐中间体的合成装置,实现连续化生产。

[0006] 本实用新型的技术方案为:

[0007] 双季铵盐中间体的合成装置,包括反应釜、离心机、负压干燥机和母液中转罐,其特征是,所述反应釜上端设有醇进口、叔胺进口和母液进口,下端设有出料口,外壁设有管壳式恒温换热器;

[0008] 所述离心机包括离心进料口、离心出液口和离心下料口,所述离心进料口与反应釜出料口通过管线连接;

[0009] 真空干燥机包括干燥机进料口、干燥机出气口和干燥机出料口,所述干燥机进料口与离心下料口通过管线连接,所述干燥机出料口连接包装机;

[0010] 母液中转罐上端设有中转罐进口,下端设有中转罐出口,所述中转罐进口与分别与离心出液口和干燥机出气口通过三通和管线连接,所述中转罐出口与反应釜的母液进口通过管线连接。

[0011] 作为优选,醇进口连接二氯丙醇储罐和丙酮储罐,所述叔胺进口连接叔胺储罐;

[0012] 作为优选,所述反应釜下端为锥型结构,内壁铸有螺旋状纹路,其外壁的管壳式恒

温换热器下端进水口与热水供水管道通过管线连接,并串联有阀门和循环泵,上端出水口与热水回水管道通过管线连接,并串联有阀门。

[0013] 作为优选,所述反应釜的醇进口、叔胺进口和母液进口与相应设备连接的管线上均串联有单向阀、电子流量计和传输泵,所述反应釜出料口与离心机离心进料口连接的管线上串联有单向阀和传输泵。

[0014] 作为优选,所述三通左端出口与母液中转罐进口连接的管线上串联有单向阀,三通右端进口与真空干燥机出气口连接的管线上串联有单向阀和真空泵,三通下进口与离心机离心出液口连接的管线上串联有阀门和传输泵,其余管线均串联有阀门。

[0015] 作为优选,所述离心机和真空干燥机设有多组并联。

[0016] 本实用新型装置采用1,3-二氯丙醇和叔胺为主要生产原料生产双季铵盐中间体,可有效控制生产高纯度双季铵盐中间体,满足不同双季铵盐的生产需求;本装置用连续投料出料的方式实现连续化生产;本装置所用溶剂及未反应原料均可回收再用,无三废产生,绿色环保。

附图说明

[0017] 图1为本发明结构示意图。

[0018] 图2为反应釜锥型底的俯视图。

[0019] 附图标记:1、反应釜,101、醇进口,102、叔胺进口,103母液进口,104、出料口,105、螺旋凸起,2、离心机,201、离心机进料口,202、离心机出液口,203、离心机出料口,3、真空干燥机,301、干燥机进料口,302、干燥机出气口,303、干燥机出料口,4、母液中转罐,401、中转罐进口,402、中转罐出口,5、管壳式恒温换热器,501、进水口,502、出水口,6、三通。

具体实施方式

[0020] 下面对本实用新型的具体结构进行进一步的说明:

[0021] 本实用新型双季铵盐中间体的合成装置,结构如图1所示,包括反应釜1、离心机2、负压干燥机3和母液中转罐4,离心机和真空干燥机设有多组并联。

[0022] 反应釜上端设有醇进口101、叔胺进口102和母液进口103,下端设有出料口104,外壁设有管壳式恒温换热器5;离心机包括离心进料口201、离心出液口202和离心下料口203,所述离心进料口201与反应釜出料口104通过管线连接;真空干燥机包括干燥机进料口301、干燥机出气口302和干燥机出料口303,所述干燥机进料口301与离心下料口203通过管线连接,所述干燥机出料口303连接包装机;母液中转罐上端设有中转罐进口401,下端设有中转罐出口402,所述中转罐进口401与分别与离心出液口202和干燥机出气口302通过三通6和管线连接,所述中转罐出口402与反应釜的母液进口103通过管线连接。

[0023] 醇进口101连接二氯丙醇储罐和丙酮储罐,所述叔胺进口102连接叔胺储罐。

[0024] 反应釜下端为锥型结构,内壁铸有螺旋状纹路,结构如图2所示。其外壁的管壳式恒温换热器下端进水口501与热水供水管道通过管线连接,并串联有阀门和循环泵,上端出水口502与热水回水管道通过管线连接,并串联有阀门。

[0025] 反应釜的醇进口、叔胺进口和母液进口与相应设备连接的管线上均串联有单向阀、电子流量计和传输泵,所述反应釜出料口与离心机离心进料口连接的管线上串联有单

向阀和传输泵。

[0026] 三通左端出口与母液中转罐进口连接的管线上串联有单向阀,三通右端进口与真空干燥机出气口连接的管线上串联有单向阀和真空泵,三通下进口与离心机离心出液口连接的管线上串联有阀门和传输泵,其余管线均串联有阀门。

[0027] 设备使用时,以1,3-二氯丙醇和十二烷基二甲基叔胺为原料,按以下步骤进行双季铵盐中间体的生产:

[0028] 步骤一:将2.5立方的丙酮加入10立方反应釜中,开启搅拌,用管壳式恒温换热器加热釜内温度至51℃后,分别按1144kg/h和330kg/h的流量泵入1,3-二氯丙醇和十二烷基二甲基胺,加料过程反应釜内持续升温,滴加1h后,反应釜内温度升至80℃以上。

[0029] 步骤二:继续按上述流量加料,搅拌下保持反应釜内温度 $85\pm 5^{\circ}\text{C}$,釜底开始析出固体,釜底尖锥处富集的固液混合液通过单向阀转至离心机经分离得母液和固体双季铵盐中间体粗品,母液转移至母液中转罐。

[0030] 步骤三:双季铵盐中间体粗品转至真空干燥箱,在 $105\pm 5^{\circ}\text{C}$, -0.1MPa 压力下烘干,分离出残余有机物至母液中转罐,得剩余固体双季铵盐中间体3-氯-2-羟丙基十二烷基二甲基氯化铵,母液中转罐中母液及有机相打入反应釜中循环使用,实现连续化生产。

[0031] 以一个反应周期计,得3-氯-2-羟丙基十二烷基二甲基氯化铵1910.7kg。

[0032] 产品经检测,一次转化率(以叔胺计)90.45%,3-氯-2-羟丙基十二烷基二甲基氯化铵含量99.43%;铵盐含量0.16%。

[0033] 以上所述实施例仅表达了本实用新型的实施方式,其描述较为具体和详细,但并不能因此而理解为对本实用新型专利范围的限制。应当指出的是,对于本领域的普通技术人员来说,在不脱离本实用新型构思的前提下,还可以做出若干变形和改进,这些都属于本实用新型的保护范围。因此,本实用新型专利的保护范围应以所附权利要求为准。

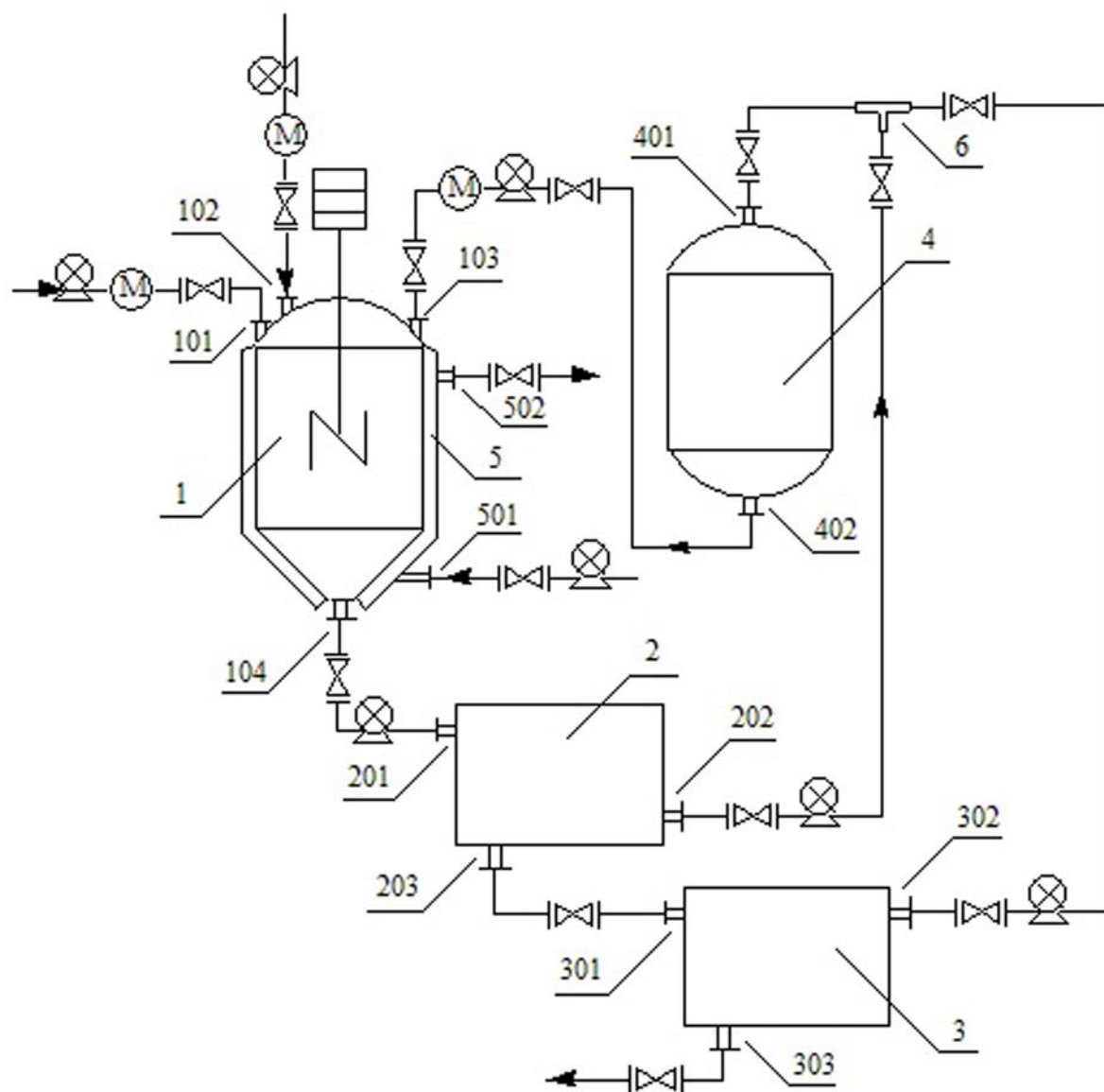


图1

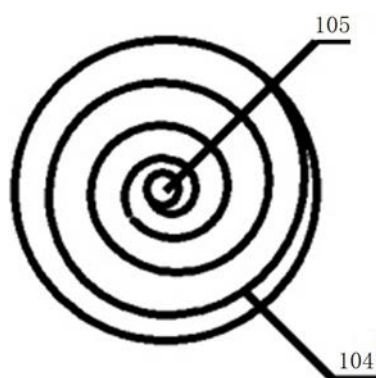


图2