



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 115028609 B

(45) 授权公告日 2024. 04. 30

(21) 申请号 202210826545.2

(22) 申请日 2022.07.14

(65) 同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 115028609 A

(43) 申请公布日 2022.09.09

(73) 专利权人 中科国生(杭州)科技有限公司  
地址 310051 浙江省杭州市滨江区西兴街  
道聚工路19号楼9幢4楼401

(72) 发明人 刘蒋龙 王艳春

(74) 专利代理机构 北京劲创知识产权代理事务  
所(普通合伙) 11589  
专利代理师 王闯

(51) Int. Cl.  
C07D 307/46 (2006.01)

(56) 对比文件

- CN 114315767 A, 2022.04.12
- CN 106458950 A, 2017.02.22
- CN 111295377 A, 2020.06.16
- CN 112279826 A, 2021.01.29
- CN 113292522 A, 2021.08.24
- CN 113354603 A, 2021.09.07
- WO 2005/018799 A1, 2005.03.03

审查员 周婵

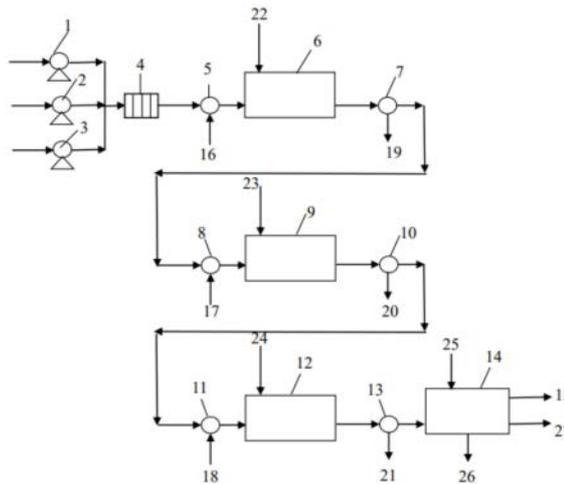
权利要求书1页 说明书7页 附图2页

(54) 发明名称

一种连续化生产5-羟甲基糠醛的生产工艺及装置

(57) 摘要

本发明涉及催化化学和生物质资源利用领域,尤其涉及一种连续化生产5-羟甲基糠醛的生产工艺及装置。该生产工艺以糖类生物质、溶剂、辅助剂及酸催化剂为原料,混合均匀得到水相料流,将所述水相料流经预热后进入多级反应设备中,反应得到的产物经冷却、分离,得到所述的5-羟甲基糠醛。本发明装置兼顾纯水相和两相体系,采用全自动化程序控制生产过程,配备在线监测设备,可实时监控HMF生产情况;同时还可有效解决5-羟甲基糠醛生成过程中伴随产生大量 humins 造成黑腐物易堵管的问题,生产效率高,该装置对未来5-羟甲基糠醛的大规模工业化生产,具备广阔的发展前景。



1. 一种制备5-羟甲基糠醛的装置,其特征在于,包括:  
物料输送系统,包括水相料流输送单元,水相料流输送单元用于输送水相料流;  
第一冲洗流系统,第一冲洗流系统与水相料流输送单元分别连接物料输送系统出口,第一冲洗流系统用于堵料、出料时的清洗;  
热源系统,通过第一管道与所述物料输送系统出口连接,所述热源系统用于物料的加热;  
模块化反应设备系统,通过第二管道与所述热源系统出口连接,所述模块化反应设备系统内置物料反应管道单元、温度感应控制单元和压力感应控制单元;  
冷却系统,通过第三管道与所述模块化反应设备系统的出口连接,所述冷却系统用于所述模块化反应设备系统中产物的冷却;  
控制系统,所述水相料流输送单元、第一冲洗流系统、热源系统、温度感应控制单元、压力感应控制单元、冷却系统分别与控制系统连接,以进行进料、设备自动冲洗、温度、压力、应急启动、紧急停车的智能控制;  
所述模块化反应设备系统包括多个模块化反应设备;  
还包括第二冲洗流系统,模块化反应设备还包括第一冲洗三通阀和第二冲洗三通阀,靠近所述物料反应管道单元的进口的位置和靠近所述物料反应管道单元的出口的位置分别设置第一冲洗三通阀和第二冲洗三通阀,第一冲洗三通阀与第二冲洗流系统连接,所述第一冲洗三通阀和第二冲洗三通阀分别与控制系统连接。
2. 根据权利要求1所述的装置,其特征在于:所述物料输送系统还包括有机相料流输送单元,有机相料流输送单元连接物料输送系统出口,有机相料流输送单元用于输送有机料流。
3. 根据权利要求1所述的装置,其特征在于:温度感应控制单元为温度传感器,压力感应控制单元为压力传感器,模块化反应设备包括内置的物料反应管道单元、温度传感器和压力传感器,物料反应管道单元内部全部内衬聚四氟乙烯内管,物料反应管道单元内部内置温度传感器和压力传感器,所述温度传感器和压力传感器分别与控制系统连接;所述物料反应管道单元设置加热元件,加热元件与控制系统连接。
4. 根据权利要求3所述的装置,其特征在于:多个模块化反应设备依次串联设置或并联设置。
5. 根据权利要求1所述的装置,其特征在于:所述冷却系统为冷却罐,所述冷却罐为细长型带夹层的罐体,所述冷却罐内部设有冷却盘管;罐体腰上部设有溢流口,腰部下方设有定时排料口,底部为倒锥形卸料口;所述罐体设有背压阀;所述罐体还设有安全阀、压力传感器和温度传感器。
6. 根据权利要求1所述的装置,其特征在于:还包括在线监测系统,在线监测系统包括相连接的UV在线检测器和采样探头,采样探头设置在冷却系统出口的管路上,UV在线检测器用于检测采样探头传来的样品,并将检测数据反馈至控制系统,以调节初始料流的流速,UV在线检测器与控制系统连接。
7. 根据权利要求1所述的装置,其特征在于:还包括预热系统,所述预热系统与冷却系统连接,用于回收冷却系统交换的余热,所述预热系统与热源系统连接,用于向热源系统供热,以对料流进行预热。

## 一种连续化生产5-羟甲基糠醛的生产工艺及装置

### 技术领域

[0001] 本发明涉及催化化学和生物质资源利用领域,尤其涉及一种连续化生产5-羟甲基糠醛的生产工艺及装置。

### 背景技术

[0002] 5-羟甲基糠醛(HMF)作为一种重要的连接生物质和化工原料的中间化合物,可通过加氢、氧化、醚化、酯化等化学作用,合成一系列具有高附加值的其他新型呋喃衍生物,如2,5-呋喃二甲酸、2,5-四氢呋喃二甲醇等,具有极大的应用前景和价值。

[0003] 目前,5-羟甲基糠醛的制备方法主要有:(1)采用果糖直接脱水制得;(2)采用葡萄糖异构化后再脱水制得;(3)采用纤维素水解后再合成5-羟甲基糠醛。然而,在5-羟甲基糠醛合成过程中,伴随产生的Humins较多,且其聚合形式复杂,比如:有HMF分子间的醚化反应,也有HMF分子间的缩醛化反应,以及HMF与乙酰丙酸、甲酸等的酯化反应,相应的黑腐物也呈现细小软质颗粒、硬质颗粒、软团状块体、疏松絮状等多种形式。在高温反应阶段,黑腐物的溶解度相对较高,待冷却降温后高聚物的溶解度降低,大部分以固体或半固体的黑腐物的形式析出、沉淀或黏附。尤其是在纯水相体系中,水量的增加使得humins结构变得非常密实,呈黑色硬块状,极易造成管道堵塞,难以疏通。在间歇式的釜式反应中,黑腐物对生产过程的影响相对较小,而在连续流式反应工艺的开发中将面临诸多挑战。例如,在传统的连续式的固定床上反应制备HMF,生成的黑腐物极易黏附在催化剂表面,降低催化剂活性,甚至导致催化剂失活,且另一方面该黑腐物长时间集聚后还可能造成管道、弯头、阀门等完全堵死,导致无法生产。因此,黑腐物不堵管是实现HMF连续式生产中亟待解决的问题。

[0004] 有鉴于此,针对以上现有技术的不足,本发明提供一种连续化生产5-羟甲基糠醛的生产工艺及装置。

### 发明内容

[0005] (1)要解决的技术问题

[0006] 本发明的目的是提供一种连续化生产5-羟甲基糠醛的生产工艺及装置,以解决5-羟甲基糠醛生成过程中管路容易堵塞、连续生产困难的问题。

[0007] (2)技术方案

[0008] 为了解决上述问题,一方面本发明提供了一种制备5-羟甲基糠醛的装置,包括:

[0009] 物料输送系统,包括水相料流输送单元,水相料流输送单元用于输送水相料流;

[0010] 第一冲洗流系统,第一冲洗流系统与水相料流输送单元分别连接物料输送系统出口,第一冲洗流系统用于堵料、出料时的清洗;

[0011] 热源系统,通过第一管道与所述物料输送系统出口连接,所述热源系统用于物料的加热;

[0012] 模块化反应设备系统,通过第二管道与所述热源系统出口连接,所述模块化反应设备系统内置物料反应管道单元、温度感应控制单元和压力感应控制单元;

[0013] 冷却系统,通过第三管道与所述模块化反应设备系统的出口连接,所述冷却系统用于所述模块化反应设备系统中产物的冷却;

[0014] 控制系统,所述水相料流输送单元、第一冲洗流系统、热源系统、温度感应控制单元、压力感应控制单元、冷却系统分别与控制系统连接,以进行进料、设备自动冲洗、温度、压力、应急启动、紧急停车的智能控制。

[0015] 进一步地,所述物料输送系统还包括有机相料流输送单元,有机相料流输送单元连接物料输送系统出口,有机相料流输送单元用于输送有机料流。

[0016] 进一步地,所述模块化反应设备系统包括多个模块化反应设备,温度感应控制单元为温度传感器,压力感应控制单元为压力传感器,模块化反应设备包括内置的物料反应管道单元、温度传感器和压力传感器,物料反应管道单元内部全部内衬聚四氟乙烯内管,物料反应管道单元内部内置温度传感器和压力传感器,所述温度传感器和压力传感器分别与控制系统连接;所述物料反应管道单元设置加热元件。

[0017] 进一步地,还包括第二冲洗流系统,模块化反应设备还包括第一冲洗三通阀和第二冲洗三通阀,靠近所述物料反应管道单元的进口的位置和靠近所述物料反应管道单元的出口的位置分别设置第一冲洗三通阀和第二冲洗三通阀,第一冲洗三通阀与第二冲洗流系统连接,所述第一冲洗三通阀和第二冲洗三通阀分别与控制系统连接。

[0018] 进一步地,多个模块化反应设备依次串联设置或并联设置。

[0019] 进一步地,所述冷却系统为冷却罐,所述冷却罐为细长型带夹层的罐体,所述冷却罐内部设有冷却盘管;罐体腰上部设有溢流口,腰部下方设有定时排料口,底部为倒锥形卸料口;所述罐体设有背压阀;所述罐体还设有安全阀、压力传感器和温度传感器。

[0020] 进一步地,还包括在线监测系统,在线监测系统包括相连接的UV在线检测器和采样探头,采样探头设置在冷却系统出口的管路上,UV在线检测器用于检测采样探头传来的样品,并将检测数据反馈至控制系统,以调节初始料流的流速,UV在线检测器与控制系统连接。

[0021] 进一步地,还包括预热系统,所述预热系统与冷却系统连接,用于回收冷却系统交换的余热,所述预热系统与热源系统连接,用于向热源系统供热,以对料流进行预热。

[0022] 另一方面,本发明还提供了一种连续化生产5-羟甲基糠醛的生产工艺,包括以下步骤:

[0023] 以糖类生物质、溶剂、辅助剂及酸催化剂为原料,混合均匀得到水相料流;

[0024] 将所述水相料流进行预热后送入多级反应设备中,将反应得到的产物进行冷却、分离,得到5-羟甲基糠醛。

[0025] 进一步地,所述原料还包括有机料流,将所述有机料流与所述水相料流分别通过不同泵送入多级反应设备中;所述预热的温度为 $60^{\circ}\text{C} \sim 90^{\circ}\text{C}$ ,所述多级反应设备的操作温度为 $120^{\circ}\text{C} \sim 160^{\circ}\text{C}$ 。

[0026] 进一步地,所述糖类生物质的浓度为 $10 \sim 400\text{g/L}$ ,所述糖类生物质为葡萄糖、果糖、蔗糖、麦芽糖、果葡糖浆中的至少一种;所述辅助剂为聚乙二醇、氯化胆碱、离子液体中的至少一种;所述有机相的有机溶剂为碳酸二甲酯、碳酸二乙酯、4-甲基-2-戊酮、四氢呋喃、丁醇中的至少一种。

[0027] (3) 有益效果

[0028] 综上,本发明上述技术方案具有如下优点:

[0029] 本发明兼顾纯水相、两相体系,采用全自动化程序控制生产过程,配备在线监测设备,可实时监控HMF生产情况,当体系温度、压力、产率出现问题,可自行启动相应解决方案,节省人力。

[0030] 另外,本发明还有效解决了实际5-羟甲基糠醛生成过程中伴随产生大量humins造成黑腐物易堵管的问题,一方面从原料端入手添加辅助剂抑制黑腐的聚集,防止黑腐物团聚成块发生堵塞;另一方面将反应设备进行模块化设计和冷却环节采用罐体设计,可有效防止冷却过程黑腐物析出堵塞管道,且即使堵管,也可以迅速对堵塞模块进行替换,也可对堵塞的单元单独接泵进行冲洗,省去停工检修时间,不耽误工厂生产。由此可见,该装置对未来5-羟甲基糠醛的大规模工业化生产,具备广阔的发展前景。

### 附图说明

[0031] 图1是本发明实施例1制备装置充氮气维持系统压力示意图。

[0032] 图2是本发明实施例2制备装置用液体背压阀维持系统压力示意图。

[0033] 附图标记:

[0034] 1—水相泵;2—有机泵;3—冲洗泵;4—换热器;5—第一三通阀;6—一级反应设备;7—第二三通阀;8—第三三通阀;9—二级反应设备;10—第四三通阀;11—第五三通阀;12—三级反应设备;13—第六三通阀;14—冷却罐;15—背压阀;16—第一三通阀冲洗入口;17—第三三通阀冲洗入口;18—第五三通阀冲洗入口;19—第二三通阀冲洗出(入)口;20—第四三通阀冲洗出(入)口;21—第六三通阀冲洗出(入)口;22—一级反应设备热源入口;23—二级反应设备热源入口;24—三级反应设备热源入口;25—冷却罐氮气充气口;26—冷却罐排污口;27—冷却罐冷却液出料口。

### 具体实施方式

[0035] 下面结合附图和实施例对本发明的实施方式作进一步详细描述。以下实施例的详细描述和附图用于示例性地说明本发明的原理,但不能用来限制本发明的范围,即本发明不限于所描述的实施例。

[0036] 为了能够更清楚地理解本发明的上述目的、特征和优点,下面将对本发明的方案进行进一步描述。需要说明的是,在不冲突的情况下,本发明的实施例及实施例中的特征可以相互组合。

[0037] 在下面的描述中阐述了很多具体细节以便于充分理解本发明,但本发明还可以采用其他不同于在此描述的方式来实施;显然,说明书中的实施例只是本发明的一部分实施例,而不是全部的实施例。

[0038] 下面将结合实施例对本发明的优选实施方式进行详细说明。需要理解的是以下实施例的给出仅是为了起到说明的目的,并不是用于对本发明的范围进行限制。本领域的技术人员在不背离本发明的宗旨和精神的情况下,可以对本发明进行各种修改和替换。

[0039] 下述实施例中所使用的实验方法如无特殊说明,均为常规方法。

[0040] 下述实施例中所用的材料、试剂等,如无特殊说明,均可从商业途径购买得到。

[0041] 如图1和图2所示,一方面,本发明提供了一种制备5-羟甲基糠醛的装置,包括:

- [0042] 物料输送系统,包括水相料流输送单元,水相料流输送单元用于输送水相料流;
- [0043] 第一冲洗流系统,第一冲洗流系统与水相料流输送单元分别连接物料输送系统出口,第一冲洗流系统用于堵料、出料时的清洗;
- [0044] 热源系统,通过第一管道与所述物料输送系统出口连接,所述热源系统用于物料的加热;
- [0045] 模块化反应设备系统,通过第二管道与所述热源系统出口连接,所述模块化反应设备系统内置物料反应管道单元、温度感应控制单元和压力感应控制单元;
- [0046] 冷却系统,通过第三管道与所述模块化反应设备系统的出口连接,所述冷却系统用于所述模块化反应设备系统中产物的冷却;
- [0047] 控制系统,所述水相料流输送单元、第一冲洗流系统、热源系统、温度感应控制单元、压力感应控制单元、冷却系统分别与控制系统连接,以进行进料、设备自动冲洗、温度、压力、应急启动、紧急停车的智能控制。
- [0048] 进一步地,所述物料输送系统还包括有机相料流输送单元,有机相料流输送单元连接物料输送系统出口,有机相料流输送单元用于输送有机料流。
- [0049] 优选地,无机相料流输送单元为水相泵,有机相料流输送单元为有机泵,第一冲洗流系统为第一冲洗泵,更优选地,水相泵、有机泵、冲洗泵都为高压泵。
- [0050] 需要说明的是,当输送物料只有水相料流时,水相泵工作,有机泵关闭;当输送物料同时有水相料流和有机料流时,水相泵和有机泵都工作;当系统堵料需要冲洗时开启冲洗泵,系统正常运行时关闭冲洗泵。当系统检测到压力一旦高于反应压力的最高限值时,关闭水相泵和有机泵,开启冲洗泵进入管道冲洗模式,防止黑腐物在体系的进一步堆积。
- [0051] 进一步地,所述模块化反应设备系统包括多个模块化反应设备,温度感应控制单元为温度传感器,压力感应控制单元为压力传感器,模块化反应设备包括内置的物料反应管道单元、温度传感器和压力传感器,物料反应管道单元内部全部内衬聚四氟乙烯内管,物料反应管道单元内部内置温度传感器和压力传感器,所述温度传感器和压力传感器分别与控制系统连接;所述物料反应管道单元设置加热元件。
- [0052] 需要说明的是,反应设备模块化设计是指将传统的反应固定床催化剂装填区域或物料逆流(顺流)反应区域,即该脱水反应核心区域进行模块化设计。
- [0053] 优选地,所述多个模块化反应设备可以根据实际产能需要依次串联设置或并联设置。
- [0054] 优选地,所述物料反应管道系统包含反应盘管、进入管道的三通和阀门、进料泵、流出管道的三通和阀门。
- [0055] 为了更好地防止系统堵料,模块化反应设备内部的管道的排布方式优选盘管形式,液体从上至下输送。
- [0056] 为了抑制黑腐物挂壁或堵管,同时提高管道的耐酸腐蚀性,反应管道内部全部内衬为聚四氟乙烯内管,且内置有多个温度传感器和压力传感器,用于反馈管道内物料实时状况,如出现异常情况以便及时调节。
- [0057] 进一步地,还包括第二冲洗流系统,模块化反应设备还包括第一冲洗三通阀和第二冲洗三通阀,靠近所述物料反应管道单元的进口的位置和靠近所述物料反应管道单元的出口的位置分别设置第一冲洗三通阀和第二冲洗三通阀,第一冲洗三通阀与第二冲洗流系

统连接,所述第一冲洗三通阀和第二冲洗三通阀分别与控制系统连接。

[0058] 所述物料反应管道单元的进、出口处三通阀在反应设备正常运时用于输送料流,设备堵料时用于通入冲洗液。

[0059] 进一步地,所述冷却系统为冷却罐,所述冷却罐为细长型带夹层的罐体,所述冷却罐内部设有冷却盘管;罐体腰上部设有溢流口,腰部下方设有定时排料口,底部为倒锥形卸料口;所述罐体设有背压阀;所述罐体还设有安全阀、压力传感器和温度传感器。

[0060] 需要说明的是,根据冷却罐的不同构造,分为两种形式,一种是采用氮气充压,保证体系一定的压力,定时卸料,另一种是冷却后液体溢流,经过背压阀,保证体系一定的压力。

[0061] 进一步地,还包括在线监测系统,在线监测系统包括相连接的UV在线检测器和采样探头,采样探头设置在冷却系统出口的管路上,UV在线检测器用于检测采样探头传来的样品,并将检测数据反馈至控制系统,以调节初始料流的流速。

[0062] 进一步地,还包括预热系统,所述预热系统与冷却系统连接,用于回收冷却系统交换的余热,所述预热系统与热源系统连接,用于向热源系统供热,以对料流进行预热。

[0063] 反应设备的热源来自热源系统产生的蒸汽,通过内置的温控传感调节阀门开度实现温度自动控制,反应设备之间的管道连接采用保温棉保温。

[0064] 另一方面,本发明还提供了一种连续化生产5-羟甲基糠醛的生产工艺,包括:

[0065] 以糖类生物质、溶剂、辅助剂及酸催化剂为原料,混合均匀得到水相料流;

[0066] 将所述水相料流进行预热后送入多级反应设备中,将反应得到的产物进行冷却、分离,得到5-羟甲基糠醛。

[0067] 进一步地,所述原料还包括有机料流,将所述有机料流与所述水相料流分别通过不同泵送入多级反应设备中;所述预热的温度为60℃~90℃,所述多级反应设备的操作温度为120℃~160℃。

[0068] 进一步地,所述糖类生物质的浓度为10g/L~400g/L,所述糖类生物质为葡萄糖、果糖、蔗糖、麦芽糖、果葡糖浆中的至少一种;所述辅助剂为聚乙二醇、氯化胆碱、离子液体中的至少一种;所述有机相的有机溶剂为碳酸二甲酯、碳酸二乙酯、4-甲基-2-戊酮、四氢呋喃、丁醇中的至少一种。

[0069] 需要说明的是,所述辅助剂的作用是提升5-羟甲基糠醛的选择性及抑制黑腐物块体的产生。

[0070] 优先地,所述溶剂为水。

[0071] 优先地,所述酸催化剂为均相酸,包括无机酸和有机酸;更优选地,所述无机酸为硫酸、盐酸、磷酸中的至少一种,所述有机酸为甲磺酸、对甲苯磺酸、酒石酸、柠檬酸中的至少一种。

[0072] 实施例1

[0073] 如图1所示,本发明提供的两相体系5-羟甲基糠醛的制备方法如下:

[0074] 称取果糖60kg、水400kg、磷酸1.8kg、聚乙二醇4000 20kg,搅拌溶解后标记为水相原料,碳酸二甲酯溶剂为有机相。

[0075] 以图1设备进行反应。正常运行时,充氮气,保持体系压力在0.8MPa以上,热源蒸汽使体系维持在140℃~150℃之间,有机泵2以1L/min的速率泵送有机相碳酸二甲酯溶剂,水

相泵1以0.5L/min的速率泵送水相原料,冲洗泵3关闭,有机相和水相二者混合后依次经换热器4、第一三通阀5进入一级反应设备6,一级反应设备6得到的物料依次经第二三通阀7、第三三通阀8进入二级反应设备9,二级反应设备9得到的物料依次经第四三通阀10、第五三通阀11进入三级反应设备12,三级反应设备12得到的物料经第六三通阀13进入冷却罐14。

[0076] 反应得到的物料进入冷却罐14后,在冷却罐中将物料冷却至60℃~80℃。冷却罐侧面上部设有氮气充气口25,充入氮气使系统维持一定的体系压力,所述体系压力为自动控制,冷却罐出口设有一个气体背压阀15。冷却罐侧面下部开设有冷却液出料口27,出料口为定时出料,出料后通往分液储罐。冷却罐底部还开设有排污口26,排污口主要用于沉积黑腐物的排放。

[0077] 设备正常运行时,反应设备前的三通阀冲洗入口16,17,18阀门处于关闭状态,反应设备后的三通阀冲洗出(入)口19,20,21阀门处于关闭状态。反应设备6,9,12分别设有蒸汽热源入口22,23,24。当串联的某个反应设备发生微堵时,可对该反应设备用相同的模块进行替换。假设需要替换二级反应设备9,只需将备用反应设备进料口三通对应的一处管道连接第二三通阀冲洗入口19,而出料口三通对应的一处管道连接至第五三通阀11,完成连接后切换相应的阀门即可,保证反应设备的顺利运行。且对二级反应设备9的清洗也非常方便,只需将第三三通阀冲洗入口17管道对应连接一台泵,关闭第三三通阀8的入料阀门和第四三通阀10对应的出料阀门,打开第三三通阀冲洗入口管道17,第四三通阀冲洗出口20阀门,即可单独清洗后备用。

[0078] 通过对反应后混合物进行检测分析,测得5-羟甲基糠醛的摩尔产率为50%。

#### [0079] 实施例2

[0080] 如图2所示,本发明提供的纯水相5-羟甲基糠醛的制备方法如下:

[0081] 称取果糖60kg、水400kg、磷酸1.8kg,聚乙二醇4000 20kg,搅拌溶解后标记为水相原料。

[0082] 以图2设备进行反应。正常运行时,背压阀15调节压力0.8Mpa,热源蒸汽使体系维持在140℃~150℃之间,水相泵1以1.5L/min的速率泵入水相原料,有机泵2和冲洗泵3关闭。水相料流依次经换热器4、第一三通阀5进入一级反应设备6,一级反应设备6得到的物料依次经第二三通阀7、第三三通阀8进入二级反应设备9,二级反应设备9得到的物料依次经第四三通阀10、第五三通阀11进入三级反应设备12,三级反应设备12得到的物料经第六三通阀13进入冷却罐14。

[0083] 进入冷却罐14后,在冷却罐中将物料冷却至60℃~80℃。冷却罐侧面上部设有溢流口,上层冷却液体采取溢流方式经背压阀15通往储料罐,冷却罐侧面下部出料口27为应急出料口,正常运行时处于关闭状态。冷却罐底部还开设有排污口26,排污口主要用于沉积黑腐物的排放。

[0084] 设备正常运行时,反应设备前的三通阀冲洗入口16,17,18阀门处于关闭状态,反应设备后的三通阀冲洗出(入)口19,20,21阀门处于关闭状态。反应设备6,9,12分别设有蒸汽热源入口22,23,24。当串联的某个反应设备发生微堵时,可对该反应设备用相同的模块进行替换。假设需要替换二级反应设备9,只需将备用反应设备进料口三通对应的一处管道连接第二三通阀冲洗入口19,而出料口三通对应的一处管道连接至第五三通阀11,完成连接后切换相应的阀门即可,保证反应设备的顺利运行。且对二级反应设备9的清洗也非常方

便,只需将第三三通阀冲洗入口17管道对应连接一台泵,关闭第三三通阀8的入料阀门和第四三通阀10对应的出料阀门,打开第三三通阀冲洗入口管道17,第四三通阀冲洗出口20阀门,即可单独清洗后备用。

[0085] 通过对反应后混合物进行检测分析,测得5-羟甲基糠醛的摩尔产率为43%。

[0086] 需要明确的是,本发明并不局限于上文所描述并在图中示出的特定步骤和结构。并且,为了简明起见,这里省略对已知方法技术的详细描述。

[0087] 以上所述仅为本申请的实施例而已,并不限制于本申请。在不脱离本发明的范围的情况下对于本领域技术人员来说,本申请可以有各种更改和变化。凡在本申请的精神和原理之内所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本申请的权利要求范围内。

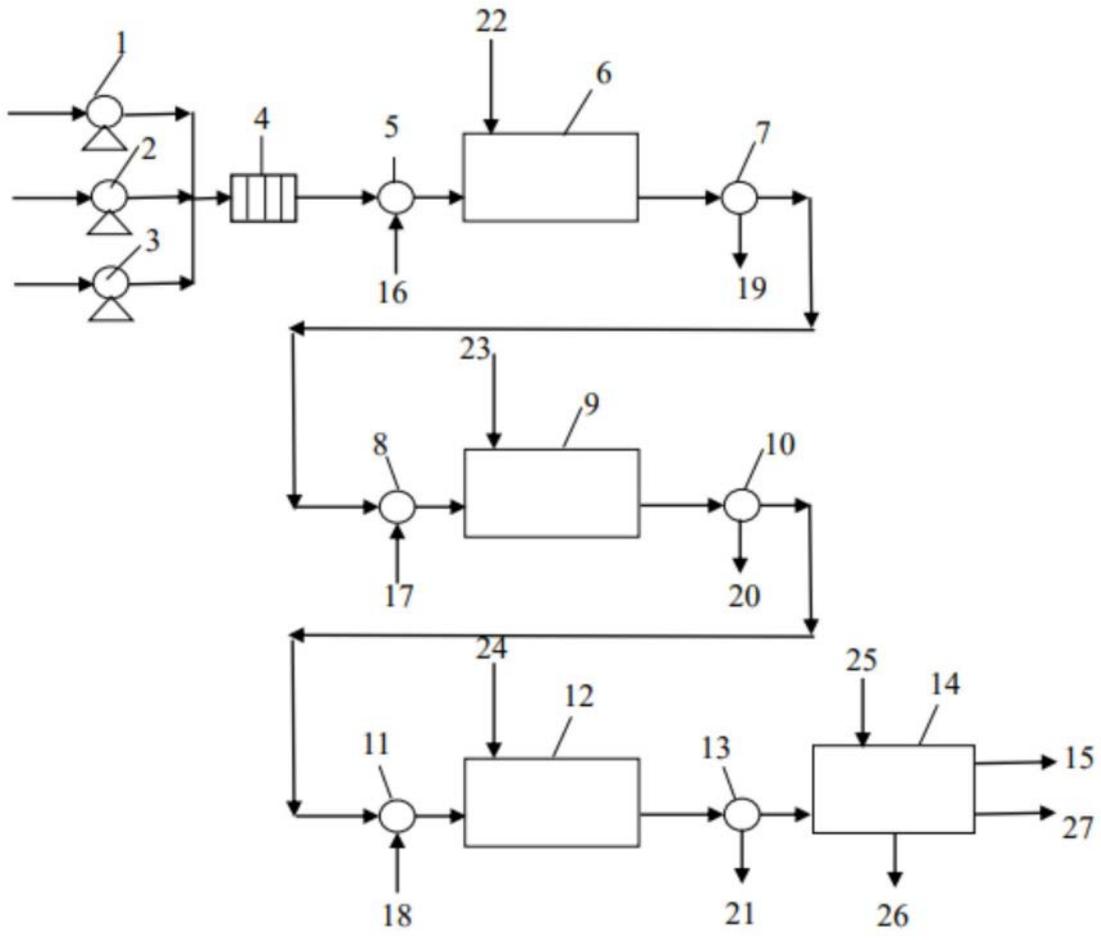


图1

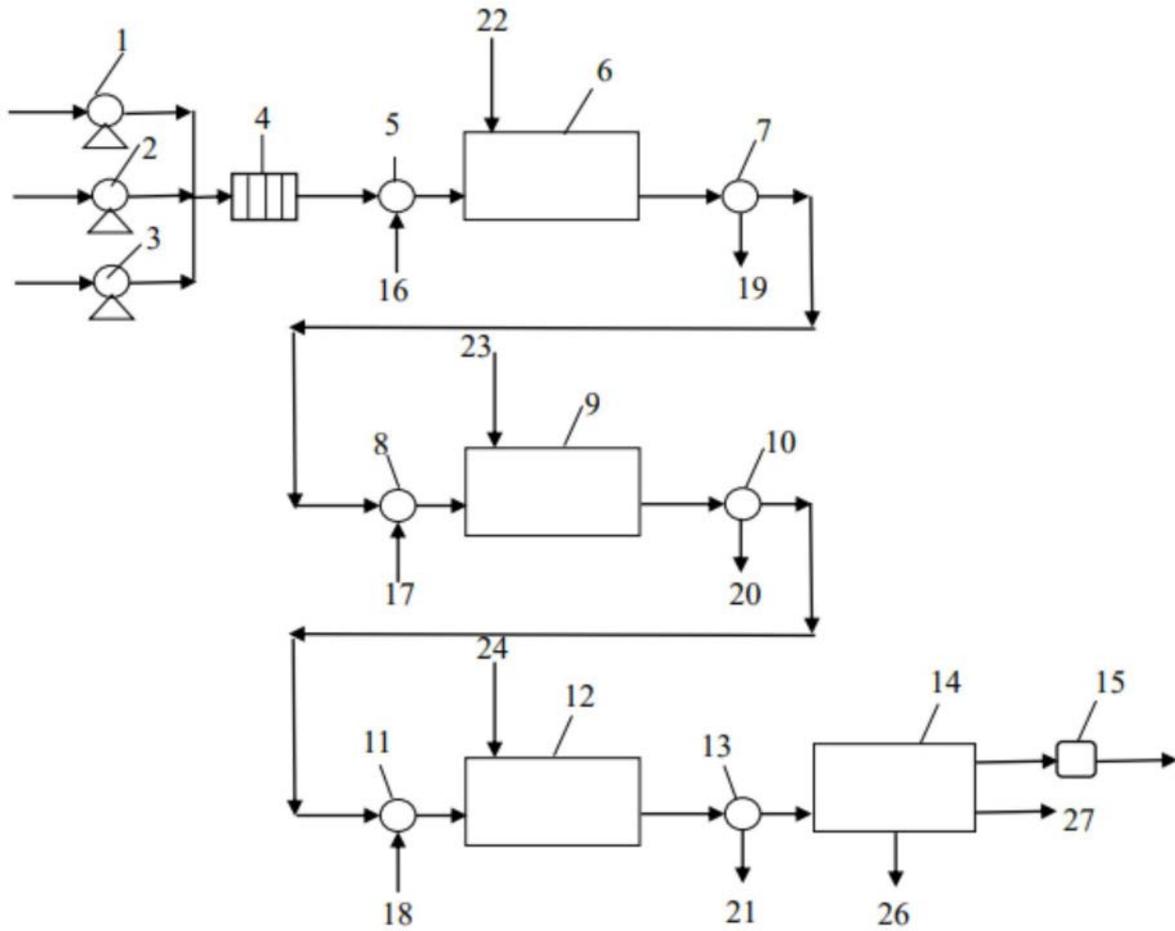


图2