



# (12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 116655478 B

(45) 授权公告日 2023.10.10

(21) 申请号 202310932159.6

CN 105435842 A, 2016.03.30

(22) 申请日 2023.07.27

CN 111517968 A, 2020.08.11

(65) 同一申请的已公布的文献号

CN 1772725 A, 2006.05.17

申请公布号 CN 116655478 A

CN 213506673 U, 2021.06.22

(43) 申请公布日 2023.08.29

EP 0359956 A2, 1990.03.28

(73) 专利权人 内蒙古圣氏化学股份有限公司

EP 1059285 A2, 2000.12.13

地址 750336 内蒙古自治区阿拉善盟高新技术  
产业开发区乌斯太镇乌兰布和大道北

GB 1399262 A, 1975.07.02

GB 1479381 A, 1977.07.13

IN 148638 B, 1981.04.25

(72) 发明人 马骅 贺满华 孙晟中

陈鸿彬 等.《高纯试剂提纯与制备》.上海科学技术出版社,1983,(第1版),第133页.

(74) 专利代理机构 内蒙古欣洋瑞专利代理有限公司 15110

曾成功 等.《每日化学计划 笔记式编排 第1册 革新版》.蔡坤龙图书有限公司,1992,(第1版),第125页.

专利代理师 汪介方

姜圣阶 等.《合成氨工学 第3卷 气体压缩与氨的合成》.北京石油化学工业出版社,1977,(第1版),第125-127页.

(51) Int. Cl.

C07C 213/00 (2006.01)

C07C 213/04 (2006.01)

C07C 213/10 (2006.01)

C07C 215/08 (2006.01)

Groggins, P. H. 等.Recent progress in amination by ammonolysis.Industrial and Engineering Chemistry.1937,第29卷第1353-1361页.

(56) 对比文件

CN 101842345 A, 2010.09.22

CN 101842346 A, 2010.09.22

审查员 刘晓旭

权利要求书1页 说明书7页 附图1页

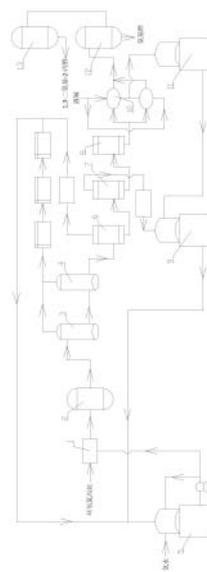
(54) 发明名称

一种连续化生产1,3-二氨基-2-丙醇的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种连续化生产1,3-二氨基-2-丙醇的方法,其依次包括有如下步骤:(1)氨解反应;(2)蒸发回收;(3)中和结晶;(4)离心分离;(5)精制。有益效果:本发明提供了一种连续化生产1,3-二氨基-2-丙醇的方法,保证了生产安全;同时提高产品的产量,保证蒸发器的传热效率,同时避免氯离子对设备的腐蚀,提高设备的使用寿命,还避免了堵塞流量调节设备,进而保证了产品的产量,同时消除了安全隐患;有效的避免副产物氨基醇含量的降低,同时也利于后续氨的回收,降低了回收氨时的能耗;避免原料的浪费以及副产物的增加。

CN 116655478 B



1. 一种连续化生产1,3-二氨基-2-丙醇的方法,其特征在与,其依次包括有如下步骤:

(1) 氨解反应:将浓度为40%-45%的氨水和环氧氯丙烷按照摩尔比为20-40:1进行混合,接着连续送至反应塔中混合均匀并进行胺化反应,反应温度为20-50℃,反应压力为0.2-0.4Mpa,得到反应液和气相;

(2) 蒸发回收:将步骤(1)中得到的所述反应液进行连续加热蒸发,加热温度为100-150℃,连续加热蒸发时间为1-5min,得到蒸发母液和氨蒸汽;

(3) 中和结晶:将步骤(2)中得到的所述蒸发母液与液碱混合进行中和反应,所述液碱与所述环氧氯丙烷的摩尔比为0.8-1.2:1;然后进行连续蒸发结晶,得到浓缩母液和水蒸汽;

(4) 离心分离:将步骤(3)中得到的所述浓缩母液进行离心分离,将氯化钠粗盐分离出去,得到1,3-二氨基-2-丙醇母液;

(5) 精制:将步骤(4)中得到的所述1,3-二氨基-2-丙醇母液进行粗蒸和精馏,得到产品1,3-二氨基-2-丙醇。

2. 根据权利要求1所述的一种连续化生产1,3-二氨基-2-丙醇的方法,其特征在与,步骤(1)中的所述气相、步骤(2)中的所述氨蒸汽和步骤(3)中的水蒸汽经过冷凝后送至吸收塔回收形成氨水,待氨水浓度低于30%时,向所述吸收塔内送入液氨。

3. 根据权利要求1所述的一种连续化生产1,3-二氨基-2-丙醇的方法,其特征在与,步骤(1)中的所述氨水和所述环氧氯丙烷的摩尔比为25-28:1。

4. 根据权利要求1所述的一种连续化生产1,3-二氨基-2-丙醇的方法,其特征在与,步骤(1)中的反应温度为31-33℃,反应压力为0.30-0.35MPa。

5. 根据权利要求1所述的一种连续化生产1,3-二氨基-2-丙醇的方法,其特征在与,步骤(3)中,蒸发结晶的温度为90-110℃,蒸发结晶的时间为3h-3.5h,压力为-0.06~-0.08 MPa。

6. 根据权利要求1所述的一种连续化生产1,3-二氨基-2-丙醇的方法,其特征在与,对步骤(4)中的所述氯化钠粗盐进行洗涤,洗涤液进行步骤(3)中的连续蒸发结晶。

## 一种连续化生产1,3-二氨基-2-丙醇的方法

### 技术领域

[0001] 本发明专利涉及生产1,3-二氨基-2-丙醇的技术领域,具体涉及一种连续化生产1,3-二氨基-2-丙醇的方法。

### 背景技术

[0002] 1,3-二氨基-2-丙醇为医药、农药及电子化学品中间体,主要是多种嘧啶类、席夫碱类、双席夫碱类农药、医药、电子化学品、液晶的合成原料,也可以用作甲醛吸收剂,用于二氧化碳及酸性气体的吸收。其中公开号为CN1772725A的专利公开了一种二氨基异丙醇生产工艺,该工艺以氨水、环氧氯丙烷和氢氧化钠为原料,经混合、反应、蒸发、离心、精制合成1,3-二氨基-2-丙醇,所用设备包括混合器、管式反应器、闪蒸塔、薄膜蒸发器、脱盐设备以及氨吸收系统;但是上述工艺存在以下问题:1、上述工艺直接将氨水和环氧氯丙烷冷却至 $10\pm 10^{\circ}\text{C}$ ,送至混合器,同时通入液氮,使氨水达到过饱和状态,但是由于液氮的溶解过程是强放热过程,导致混合器中出现超温以及超压的问题,存在极大地安全风险,同时由于环氧氯丙烷在液氮环境中容易聚合,因此在混合器中存在局部环氧氯丙烷聚合的问题,无法完全反应生成1,3-二氨基-2-丙醇,进而导致产品的产量低;2、上述工艺经过混合器混合均匀的反应物流经第一段管道反应器,进入第二段管道反应器,同时送入液体烧碱,因此在闪蒸器、薄膜蒸发器中烧碱与反应物的盐酸盐发生中和反应产生氯化钠,氯化钠晶体会附着于闪蒸器和薄膜蒸发器的表面,影响传热效率,加速设备的氯离子腐蚀,同时由于结晶层厚度的增加,容易造成流量计、调节阀等流量调节设备堵塞,影响产品产量的同时带来了安全隐患;3、上述工艺选用的氨水浓度为23%-25%,所选用的氨水浓度偏低,进而导致副反应物氨基醇含量偏高,同时由于氨水浓度低,因此在保证物料摩尔比不变的情况下,氨水投料量加大,存在后续回收氨时耗能高的问题;4、上述工艺并未公开各原料之间的投料比例,无法有效的生产1,3-二氨基-2-丙醇的。

### 发明内容

[0003] 本发明的目的在与提供一种保证生产安全,且提高产品产量的连续化生产1,3-二氨基-2-丙醇的方法。

[0004] 本发明的目的由如下技术方案实施:一种连续化生产1,3-二氨基-2-丙醇的方法,其依次包括有如下步骤:

[0005] (1) 氨解反应:将浓度为30%-50%的氨水和环氧氯丙烷按照摩尔比为20-40:1进行混合,接着连续送至反应塔中混合均匀并进行胺化反应,反应温度为 $20-50^{\circ}\text{C}$ ,反应压力为 $0.2-0.4\text{Mpa}$ ,得到反应液和气相;

[0006] 具体胺化反应的反应方程式如下:



[0008] (2) 蒸发回收: 将步骤(1)中得到的所述反应液进行连续加热蒸发, 加热温度为100-150℃, 连续加热蒸发时间为1-5min, 得到蒸发母液和氨蒸汽;

[0009] (3) 中和结晶: 将步骤(2)中得到的所述蒸发母液与液碱混合进行中和反应, 所述液碱与所述环氧氯丙烷的摩尔比为0.8-1.2:1; 然后进行连续蒸发结晶, 得到浓缩母液和水蒸汽;

[0010] 具体中和反应的反应方程式如下:



[0012] (4) 离心分离: 将步骤(3)中得到的所述浓缩母液进行离心分离, 将氯化钠粗盐分离出去, 得到1,3-二氨基-2-丙醇母液;

[0013] (5) 精制: 将步骤(4)中得到的所述1,3-二氨基-2-丙醇母液进行粗蒸和精馏, 得到产品1,3-二氨基-2-丙醇。

[0014] 进一步的, 步骤(1)中的所述气相、步骤(2)中的所述氨蒸汽和步骤(3)中的水蒸汽经过冷凝后送至吸收塔回收形成氨水, 待氨水浓度低于30%时, 向吸收塔内送入液氨。

[0015] 进一步的, 步骤(1)中的所述氨水浓度优选为40%-45%。

[0016] 进一步的, 步骤(1)中的所述氨水和所述环氧氯丙烷的摩尔比优选为25-28:1。

[0017] 进一步的, 步骤(1)中的反应温度优选为31-33℃, 反应压力优选为0.30-0.35MPa。

[0018] 进一步的, 步骤(3)中, 蒸发结晶的温度为90-110℃, 蒸发结晶的时间为3h-3.5h, 压力为-0.06~-0.08 MPa。

[0019] 进一步的, 对步骤(4)中的所述氯化钠粗盐进行洗涤, 洗涤液进行步骤(3)中的连续蒸发结晶。

[0020] 本发明的优点:

[0021] 1、本发明提供了一种连续化生产1,3-二氨基-2-丙醇的方法, 液氨通过在吸收塔配置成浓度为30%-50%的氨水, 然后和环氧氯丙烷按照比例混合, 避免直接与氨水和环氧氯丙烷混合, 进而避免了静态混合器中出现超温、超压的问题, 保证了生产安全; 同时通过静态混合器和混合釜组合的方式, 增加了混合效果, 保证了环氧氯丙烷与氨水混合均匀, 避免出现局部环氧氯丙烷聚合的问题, 使氨水与环氧氯丙烷充分反应形成1,3-二氨基-2-丙醇, 提高产品的产量。

[0022] 2、本发明提供了一种连续化生产1,3-二氨基-2-丙醇的方法, 反应塔反应后得到的反应液经过蒸发回收氨和水后再与液碱混合进行中和反应, 然后进行连续蒸发结晶和离心分离, 将氯化钠粗盐分离出去, 避免了反应液与液碱先混合进行中和反应之后进行蒸发回收, 进而避免了氯化钠会附着于闪蒸器和薄膜蒸发器的表面, 保证蒸发器的传热效率, 同时避免氯离子对设备的腐蚀, 提高设备的使用寿命, 还避免了堵塞流量调节设备, 进而保证了产品的产量, 同时消除了安全隐患。

[0023] 3、本发明提供了一种连续化生产1,3-二氨基-2-丙醇的方法, 选用的氨水浓度为30%-50%, 有效的避免副产物氨基醇含量的降低, 同时也利于后续氨的回收, 降低了回收氨时的能耗。

[0024] 4、本发明提供了一种连续化生产1,3-二氨基-2-丙醇的方法, 公开了各原料之间的投料比例, 并且提供了最佳的投料比例, 以及反应温度和反应压力, 进而使原料充分的反

应生成1,3-二氨基-2-丙醇,避免原料的浪费以及副产物的增加。

### 附图说明

[0025] 为了更清楚地说明本发明实施例或现有技术中的技术方案,下面将对实施例或现有技术描述中所需要使用的附图作简单地介绍,显而易见地,下面描述中的附图仅仅是本发明的一些实施例,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其他的附图。

[0026] 图1为本发明的工艺系统图。

[0027] 静态混合器1,混合釜2,一级反应塔3,二级反应塔4,一级吸收塔5,一级蒸发器6,二级蒸发器7,三级蒸发器8,二级吸收塔9,中和结晶釜10,三级吸收塔11,粗蒸釜12,精馏釜13。

### 具体实施方式

[0028] 下面将通过实施例对本发明作进一步的详细说明。

[0029] 实施例1:如图1所示,一种连续化生产1,3-二氨基-2-丙醇的方法,其依次包括有如下步骤:

[0030] (1)氨解反应:将浓度为40%的氨水以440kg/h的流量与以60kg/h流量的环氧氯丙烷在静态混合器1中混合,混合完毕后进入混合釜2中进行深度混合,同时混合釜2中通循环水冷却,控制釜温20-50℃,压力约为0.3MPa,深度混合完毕后进入一级反应塔3,液相从底部进入二级反应塔4,二级反应塔4上部出料口流出的液体为反应液。

[0031] 从一级反应塔3和二级反应塔4顶部排出的气相进入空冷器、水冷器冷凝后进入一级吸收塔5吸收形成浓度为40%的氨水作为原料用于参加上述氨解反应。液氨通过在一级吸收塔5配置成浓度为30%-50%的氨水,然后和环氧氯丙烷按照比例混合,避免直接与氨水和环氧氯丙烷混合,进而避免了静态混合器1中出现超温以及超压的问题,保证了生产安全;同时保证了环氧氯丙烷与氨水混合均匀,避免出现局部环氧氯丙烷聚合的问题,使氨水与环氧氯丙烷充分反应形成1,3-二氨基-2-丙醇,提高产品的产量。选用的氨水浓度为30%-50%,有效的避免副反应物氨基醇含量的降低,同时也利于后续氨的回收,降低了回收氨时的能耗。

[0032] (2)蒸发回收:将步骤(1)中得到的所述反应液进行连续加热蒸发,既依次进入一级蒸发器6(蒸汽加热,控制蒸发温度为130-150℃,压力0.2-0.4MPa)、二级蒸发器7(蒸汽加热,控制蒸发温度为140-160℃,常压)、三级蒸发器8(负压-0.09MPa,温度为90-110℃)进行蒸发脱水、脱氨,得到蒸发母液和氨蒸汽。

[0033] 一级蒸发器6排出的氨蒸气经过冷凝器冷凝后进入一级吸收塔5吸收,二级蒸发器7排出的氨蒸汽经过冷凝后进入二级吸收塔9吸收。

[0034] 一级吸收塔5回收氨水回用于步骤(1)中的氨解反应,当一级吸收塔5中的液位达到低液位时,向一级吸收塔5转入二级吸收塔9中的低浓度氨水(含氨量约5-15%),对一级吸收塔5进行定时取样,控制一级吸收塔5中的氨水浓度在30%-50%,当氨水浓度低于控制区间时,向一级吸收塔5中补充液氨。

[0035] (3)中和结晶:将步骤(2)中得到的所述蒸发母液自流进入中和结晶釜10,液碱通

过液碱进料泵和液碱流量调节阀调节流量为77kg/h加入中和结晶釜10,蒸发母液和碱液在中和结晶釜10中完成中和反应,同时蒸发出部分水分。中和结晶釜10进料8h后,停止进料,控制压力为-0.06~-0.08 MPa,蒸发结晶温度为90-110℃,蒸发结晶3.5h后,得到浓缩母液约768kg,关闭该中和结晶釜10的蒸发母液进料阀和液碱进料程序。开启另一个中和结晶釜10的蒸发母液进料阀,同时开启液碱进料程序,重复上述进料中和反应操作。中和完毕的浓缩母液从中和结晶釜10底部放出,蒸发出的水蒸汽从中和结晶釜10的顶部排出,经过冷凝之后进入三级吸收塔11吸收,三级吸收塔11中的液体用于补充二级吸收塔9。

[0036] (4) 离心分离:将步骤(3)中得到的所述浓缩母液进行离心分离,将氯化钠粗盐分离出去,得到465kg的1,3-二氨基-2-丙醇母液;对氯化钠粗盐进行洗涤,洗涤液进行步骤(3)中的蒸发结晶。

[0037] (5) 精制:将步骤(4)中得到的所述1,3-二氨基-2-丙醇母液进行粗蒸和精馏,得到产品1,3-二氨基-2-丙醇。

[0038] a、粗蒸:将3000kg的1,3-二氨基-2-丙醇母液经转料泵转入至粗蒸釜12中,进行减压蒸馏,控制釜温150-160℃,压力1-2kpa,对1,3-二氨基-2-丙醇母液进行初步提纯。蒸馏操作为先开启罗茨泵水环机组,在一定温度下进行负压脱水,脱水完毕后,将接收罐内的水放出,继续升温,逐步开启罗茨机组,进行粗品蒸馏。釜馏出物为1,3-二氨基-2-丙醇粗品,冷却后进入粗品接收罐,得到2788kg的1,3-二氨基-2-丙醇粗品。蒸馏结束,通氮气破真空,收集釜残。蒸馏釜残液主要成分为氨基醇,约为200kg,冷却后装桶作为副产品外售。

[0039] b、精馏:精馏操作在高真空下进行,运行压力为200pa以下。将3000kg的1,3-二氨基-2-丙醇粗品用泵转入精馏釜13,开启釜及蒸发器夹套蒸汽升温,首先控制一定出料温度和回流比,收集初馏份,得189Kg的初馏份,初馏份收集后与下一批次粗品再次精馏。初馏结束,开始接收成品,得2720kg的1,3-二氨基-2-丙醇成品,相比理论值1,3-二氨基-2-丙醇成品的实际收率为88.20%。

[0040] 本发明提供了一种连续化生产1,3-二氨基-2-丙醇的方法,公开了各原料之间的投料比例,并且提供了最佳的投料比例,以及反应温度和反应压力,进而使原料充分的反应生成1,3-二氨基-2-丙醇,避免原料的浪费以及副产物的增加。

[0041] 反应液经过蒸发回收氨和水后在与液碱混合进行中和反应,然后进行连续蒸发结晶和离心分离,将氯化钠粗盐分离出去,避免了反应液与液碱先混合进行中和反应之后进行蒸发回收,进而避免了氯化钠会附着于闪蒸器和薄膜蒸发器的表面,保证蒸发器的传热效率,同时避免氯离子对设备的腐蚀,提高设备的使用寿命,还避免了堵塞流量调节设备,进而保证了产品的产量,同时消除了安全隐患。

[0042] 实施例2:如图1所示,一种连续化生产1,3-二氨基-2-丙醇的方法,其依次包括有如下步骤:

[0043] (1) 氨解反应:将浓度为40%的氨水以330kg/h的流量与以60kg/h流量的环氧氯丙烷在静态混合器1中混合,混合完毕后进入混合釜2中进行深度混合,同时混合釜2中通循环水冷却,控制釜温20-50℃,压力约为0.3MPa,深度混合完毕后进入一级反应塔3,液相从底部进入二级反应塔4,二级反应塔4上部出料口流出的液体为反应液。

[0044] 从一级反应塔3和二级反应塔4顶部排出的气相进入空冷器、水冷器冷凝后进入一级吸收塔5吸收形成浓度为40%的氨水作为原料用于参加上述氨解反应。液氨通过在一级吸

收塔5配置成浓度为30%-50%的氨水,然后和环氧氯丙烷按照比例混合,避免直接与氨水和环氧氯丙烷混合,进而避免了静态混合器1中出现超温以及超压的问题,保证了生产安全;同时保证了环氧氯丙烷与氨水混合均匀,避免出现局部环氧氯丙烷聚合的问题,使氨水与环氧氯丙烷充分反应形成1,3-二氨基-2-丙醇,提高产品的产量。选用的氨水浓度为30%-50%,有效的避免副反应物氨基醇含量的降低,同时也利于后续氨的回收,降低了回收氨时的能耗。

[0045] (2) 蒸发回收:将步骤(1)中得到的所述反应液进行连续加热蒸发,既依次进入一级蒸发器6(蒸汽加热,控制蒸发温度为130-150℃,压力0.2-0.4MPa)、二级蒸发器7(蒸汽加热,控制蒸发温度为140-160℃,常压)、三级蒸发器8(负压-0.09MPa,温度为90-110℃)进行蒸发脱水、脱氨,得到蒸发母液和氨蒸汽。

[0046] 一级蒸发器6排出的氨蒸气经过冷凝器冷凝后进入一级吸收塔5吸收,二级蒸发器7排出的氨蒸汽经过冷凝后进入二级吸收塔9吸收。

[0047] 一级吸收塔5回收氨水回用于步骤(1)中的氨解反应,当一级吸收塔5中的液位达到低液位时,向一级吸收塔5转入二级吸收塔9中的低浓度氨水(含氨量约5-15%),对一级吸收塔5进行定时取样,控制一级吸收塔5中的氨水浓度在30%-50%,当氨水浓度低于控制区间时,向一级吸收塔5中补充液氨。

[0048] (3) 中和结晶:将步骤(2)中得到的所述蒸发母液自流进入中和结晶釜10,液碱通过液碱进料泵和液碱流量调节阀调节流量为77kg/h加入中和结晶釜10,蒸发母液和碱液在中和结晶釜10中完成中和反应,同时蒸发出部分水分。中和结晶釜10进料8h后,停止进料,控制压力为-0.06~-0.08 MPa,蒸发结晶温度为90-110℃,蒸发结晶3.5h后,得到浓缩母液约734kg,关闭该中和结晶釜10的蒸发母液进料阀和液碱进料程序。开启另一个中和结晶釜10的蒸发母液进料阀,同时开启液碱进料程序,重复上述进料中和反应操作。中和完毕的浓缩母液从中和结晶釜10底部放出,蒸发出的水蒸汽从中和结晶釜10的顶部排出,经过冷凝之后进入三级吸收塔11吸收,三级吸收塔11中的液体用于补充二级吸收塔9。

[0049] (4) 离心分离:将步骤(3)中得到的所述浓缩母液进行离心分离,将氯化钠粗盐分离出去,得到442kg的1,3-二氨基-2-丙醇母液;对氯化钠粗盐进行洗涤,洗涤液进行步骤(3)中的蒸发结晶。

[0050] (5) 精制:将步骤(4)中得到的所述1,3-二氨基-2-丙醇母液进行粗蒸和精馏,得到产品1,3-二氨基-2-丙醇。

[0051] a、粗蒸:将3000kg的1,3-二氨基-2-丙醇母液经转料泵转入至粗蒸釜12中,进行减压蒸馏,控制釜温150-160℃,压力1-2kpa,对1,3-二氨基-2-丙醇母液进行初步提纯。蒸馏操作为先开启罗茨泵水环机组,在一定温度下进行负压脱水,脱水完毕后,将接收罐内的水放出,继续升温,逐步开启罗茨机组,进行粗品蒸馏。釜馏出物为1,3-二氨基-2-丙醇粗品,冷却后进入粗品接收罐,得到2159kg的1,3-二氨基-2-丙醇粗品。蒸馏结束,通氮气破真空,收集釜残。蒸馏釜残液主要成分为氨基醇,约为820kg,冷却后装桶作为副产品外售。

[0052] b、精馏:精馏操作在高真空下进行,运行压力为200pa以下。将3000kg的1,3-二氨基-2-丙醇粗品用泵转入精馏釜13,开启釜及蒸发器夹套蒸汽升温,首先控制一定出料温度和回流比,收集初馏份,得187Kg的初馏份,初馏份收集后与下一批次粗品再次精馏。初馏结束,开始接收成品,得2680kg的1,3-二氨基-2-丙醇成品,相比理论值1,3-二氨基-2-丙醇

成品的实际收率为82.60%。

[0053] 本发明提供了一种连续化生产1,3-二氨基-2-丙醇的方法,公开了各原料之间的投料比例,并且提供了最佳的投料比例,以及反应温度和反应压力,进而使原料充分的反应生成1,3-二氨基-2-丙醇,避免原料的浪费以及副产物的增加。

[0054] 反应液经过蒸发回收氨和水后在与液碱混合进行中和反应,然后进行连续蒸发结晶和离心分离,将氯化钠粗盐分离出去,避免了反应液与液碱先混合进行中和反应之后进行蒸发回收,进而避免了氯化钠会附着于闪蒸器和薄膜蒸发器的表面,保证蒸发器的传热效率,同时避免氯离子对设备的腐蚀,提高设备的使用寿命,还避免了堵塞流量调节设备,进而保证了产品的产量,同时消除了安全隐患。

[0055] 实施例3:如图1所示,一种连续化生产1,3-二氨基-2-丙醇的方法,其依次包括有如下步骤:

[0056] (1) 氨解反应:将浓度为40%的氨水以570kg/h的流量与以60kg/h流量的环氧氯丙烷在静态混合器1中混合,混合完毕后进入混合釜2中进行深度混合,同时混合釜2中通循环水冷却,控制釜温20-50℃,压力约为0.3MPa,深度混合完毕后进入一级反应塔3,液相从底部进入二级反应塔4,二级反应塔4上部出料口流出的液体为反应液。

[0057] 从一级反应塔3和二级反应塔4顶部排出的气相进入空冷器、水冷器冷凝后进入一级吸收塔5吸收形成浓度为40%的氨水作为原料用于参加上述氨解反应。液氨通过在一级吸收塔5配置成浓度为30%-50%的氨水,然后和环氧氯丙烷按照比例混合,避免直接与氨水和环氧氯丙烷混合,进而避免了静态混合器1中出现超温以及超压的问题,保证了生产安全;同时保证了环氧氯丙烷与氨水混合均匀,避免出现局部环氧氯丙烷聚合的问题,使氨水与环氧氯丙烷充分反应形成1,3-二氨基-2-丙醇,提高产品的产量。选用的氨水浓度为30%-50%,有效的避免副反应物氨基醇含量的降低,同时也利于后续氨的回收,降低了回收氨时的能耗。

[0058] (2) 蒸发回收:将步骤(1)中得到的所述反应液进行连续加热蒸发,既依次进入一级蒸发器6(蒸汽加热,控制蒸发温度为130-150℃,压力0.2-0.4MPa)、二级蒸发器7(蒸汽加热,控制蒸发温度为140-160℃,常压)、三级蒸发器8(负压-0.09MPa,温度为90-110℃)进行蒸发脱水、脱氨,得到蒸发母液和氨蒸汽。

[0059] 一级蒸发器6排出的氨蒸气经过冷凝器冷凝后进入一级吸收塔5吸收,二级蒸发器7排出的氨蒸汽经过冷凝后进入二级吸收塔9吸收。

[0060] 一级吸收塔5回收氨水回用于步骤(1)中的氨解反应,当一级吸收塔5中的液位达到低液位时,向一级吸收塔5转入二级吸收塔9中的低浓度氨水(含氨量约5-15%),对一级吸收塔5进行定时取样,控制一级吸收塔5中的氨水浓度在30%-50%,当氨水浓度低于控制区间时,向一级吸收塔5中补充液氨。

[0061] (3) 中和结晶:将步骤(2)中得到的所述蒸发母液自流进入中和结晶釜10,液碱通过液碱进料泵和液碱流量调节阀调节流量为77kg/h加入中和结晶釜10,蒸发母液和碱液在中和结晶釜10中完成中和反应,同时蒸发出部分水分。中和结晶釜10进料8h后,停止进料,控制压力为-0.06~-0.08 MPa,蒸发结晶温度为90-110℃,蒸发结晶3.5h后,得到浓缩母液约765kg,关闭该中和结晶釜10的蒸发母液进料阀和液碱进料程序。开启另一个中和结晶釜10的蒸发母液进料阀,同时开启液碱进料程序,重复上述进料中和反应操作。中和完毕的浓

缩母液从中和结晶釜10底部放出,蒸发出的水蒸汽从中和结晶釜10的顶部排出,经过冷凝之后进入三级吸收塔11吸收,三级吸收塔11中的液体用于补充二级吸收塔9。

[0062] (4) 离心分离:将步骤(3)中得到的所述浓缩母液进行离心分离,将氯化钠粗盐分离出去,得到460kg 的1,3-二氨基-2-丙醇母液;对氯化钠粗盐进行洗涤,洗涤液进行步骤(3)中的蒸发结晶。

[0063] (5) 精制:将步骤(4)中得到的所述1,3-二氨基-2-丙醇母液进行粗蒸和精馏,得到产品1,3-二氨基-2-丙醇。

[0064] a、粗蒸:将3000kg的1,3-二氨基-2-丙醇母液经转料泵转入至粗蒸釜12中,进行减压蒸馏,控制釜温150-160℃,压力1-2kpa,对1,3-二氨基-2-丙醇母液进行初步提纯。蒸馏操作为先开启罗茨泵水环机组,在一定温度下进行负压脱水,脱水完毕后,将接收罐内的水放出,继续升温,逐步开启罗茨机组,进行粗品蒸馏。釜馏出物为1,3-二氨基-2-丙醇粗品,冷却后进入粗品接收罐,得到2559kg 的1,3-二氨基-2-丙醇粗品。蒸馏结束,通氮气破真空,收集釜残。蒸馏釜残液主要成分为氨基醇,约为361kg,冷却后装桶作为副产品外售。

[0065] b、精馏:精馏操作在高真空下进行,运行压力为200pa以下。将3000kg 的1,3-二氨基-2-丙醇粗品用泵转入精馏釜13,开启釜及蒸发器夹套蒸汽升温,首先控制一定出料温度和回流比,收集初馏份,得187Kg的初馏份,初馏份收集后与下一批次粗品再次精馏。初馏结束,开始接收成品,得2700kg 的1,3-二氨基-2-丙醇成品,相比理论值1,3-二氨基-2-丙醇成品的实际收率为86.61%。

[0066] 本发明提供了一种连续化生产1,3-二氨基-2-丙醇的方法,公开了各原料之间的投料比例,并且提供了最佳的投料比例,以及反应温度和反应压力,进而使原料充分的反应生成1,3-二氨基-2-丙醇,避免原料的浪费以及副产物的增加。

[0067] 反应液经过蒸发回收氨和水后在与液碱混合进行中和反应,然后进行连续蒸发结晶和离心分离,将氯化钠粗盐分离出去,避免了反应液与液碱先混合进行中和反应之后进行蒸发回收,进而避免了氯化钠会附着于闪蒸器和薄膜蒸发器的表面,保证蒸发器的传热效率,同时避免氯离子对设备的腐蚀,提高设备的使用寿命,还避免了堵塞流量调节设备,进而保证了产品的产量,同时消除了安全隐患。

[0068] 对比例1:将200kg的事先冷却至 $10 \pm 10^\circ\text{C}$ 的浓度为23%的氨水和200kg冷却的环氧氯丙烷分别用计量泵送至混合器,调节进料流量为5kg/h,同时通入进料量为1kg/h的液氨,混合器的出料温度为 $77^\circ\text{C}$ ,并伴有明显的相变现象,系统压力为0.7MPa,混合后的反应物流经第一段弯管,出口温度为 $73^\circ\text{C}$ ,进入第二段弯管(长:10米),同时,用计量泵送入7.2Kg/h的30%液碱。经过二段反应后的产物通入薄膜蒸发器,加热至 $90 \pm 10^\circ\text{C}$ 蒸出氨气和水,蒸出氨气用水吸收。脱氨后的反应物流入薄膜蒸发器,用蒸汽加热使反应产物的水分量降至10%以下,此时析出固体盐。将此固液混合物进行过滤,除去固体盐,即获得含有1,3-二氨基-2-丙醇及杂质聚氨醇的粗品;最后,将粗品精制、调配,得到121.42kg的 1,3-二氨基-2-丙醇,相比理论值1,3-二氨基-2-丙醇成品的实际收率为60.95%。明显可以看出,相比对比例1,本发明实施例1-3所生产的1,3-二氨基-2-丙醇成品的实际收率明显更高。

[0069] 以上是本发明的优选实施方式,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明原理的前提下,还可以做出若干改进和润饰,这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。

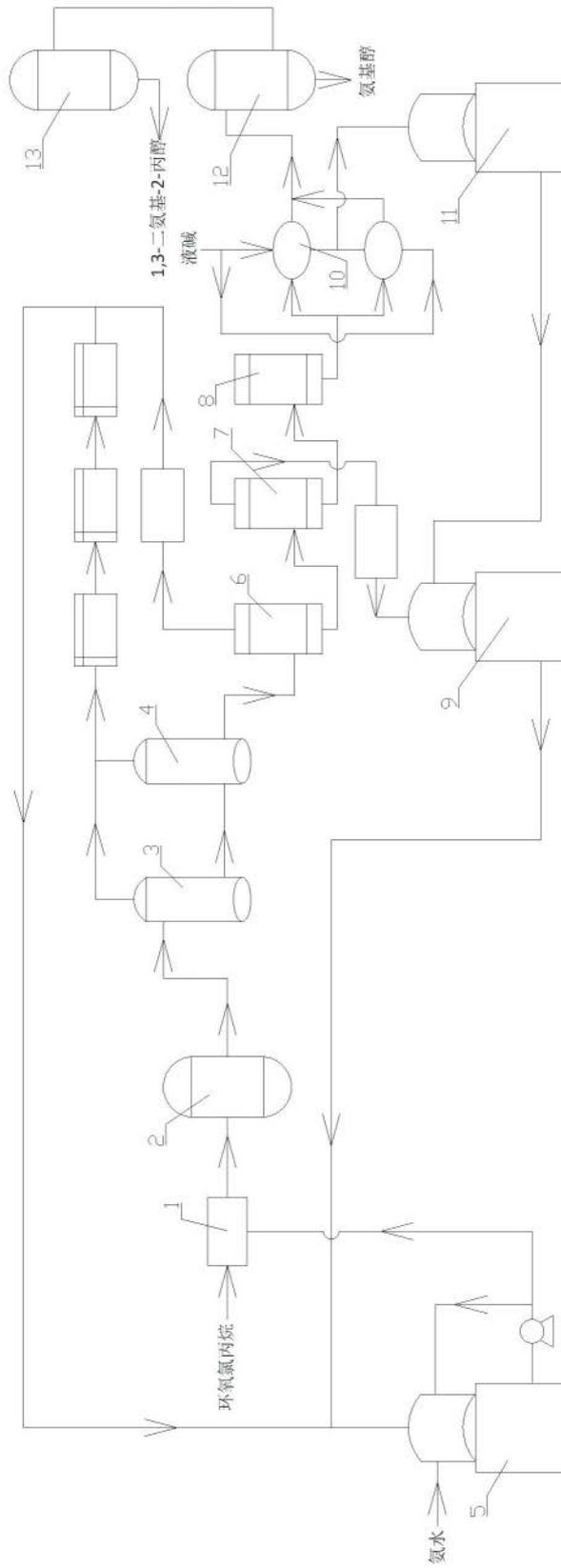


图 1