



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107417561 A

(43)申请公布日 2017. 12. 01

(21)申请号 201710338603.6

C07C 229/26(2006.01)

(22)申请日 2017.05.15

C07C 51/41(2006.01)

C07C 53/126(2006.01)

(71)申请人 山东科信生物化学有限公司

地址 251500 山东省德州市临邑县恒源经济开发区远征路中段

(72)发明人 王广友 刘军 于乐祥 程园杰 石隆平

(74)专利代理机构 北京智桥联合知识产权代理事务所(普通合伙) 11560

代理人 侯桂丽

(51) Int. Cl.

C07C 231/10(2006.01)

C07C 231/24(2006.01)

C07C 233/47(2006.01)

C07C 227/00(2006.01)

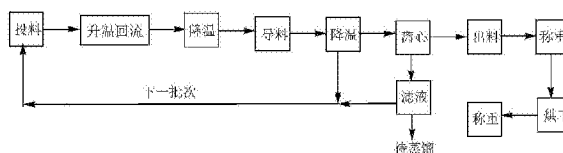
权利要求书2页 说明书12页 附图2页

(54)发明名称

一种N-月桂酰-L-赖氨酸的制备方法

(57)摘要

一种N-月桂酰-L-赖氨酸的制备方法,包括如下步骤:(1)赖氨酸月桂酸盐的制备:将甲醇、月桂酸、赖氨酸浓缩液混合后升温回流反应后降温,过滤,干燥得赖氨酸月桂酸盐;(2)月桂酰赖氨酸粗品的制备:将步骤(1)所得赖氨酸月桂酸盐和三甲苯混合后升温回流反应,反应结束后降温,加入无水甲醇,搅拌后继续降温,然后过滤,干燥得到月桂酰赖氨酸粗品;(3)粗品的纯化:将步骤(2)所得月桂酰赖氨酸粗品经过醋酸重结晶、活性炭脱色、醇洗后过滤,干燥制得N-月桂酰-L-赖氨酸精品。本发明的制备方法取得了较高的收率且制得产品的纯度较高。



1. 一种N-月桂酰-L-赖氨酸的制备方法,包括如下步骤:

(1) 赖氨酸月桂酸盐的制备:将甲醇、月桂酸、赖氨酸浓缩液混合后升温回流反应后降温,过滤,干燥得赖氨酸月桂酸盐;

(2) 月桂酰赖氨酸粗品的制备:将步骤(1)所得赖氨酸月桂酸盐和三甲苯混合后升温回流反应,反应结束后降温,加入无水甲醇,搅拌后继续降温,然后过滤,干燥得到月桂酰赖氨酸粗品;

(3) 粗品的纯化:将步骤(2)所得月桂酰赖氨酸粗品经过醋酸重结晶、活性炭脱色、醇洗后过滤,干燥制得N-月桂酰-L-赖氨酸精品。

2. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,步骤(1)中升温至回流,回流反应的时间为4小时以上;

优选地,降温分两个阶段,首先降温至10-30℃导料,然后再至-5~5℃;

优选地,干燥的温度为50-80℃;

优选地,所述赖氨酸浓缩液中赖氨酸的浓度为40-65%;

优选地,所述月桂酸和赖氨酸的摩尔比为1:0.5-2;

优选地,所述月桂酸和甲醇的质量比为1:5-20。

3. 根据权利要求1或2所述的制备方法,其特征在于,步骤(2)中升温分两个阶段,先是升温至100-120℃,保温反应至无甲醇馏出,然后以5-15℃/小时升温至150-200℃,回流至无水脱出时停止反应;

优选地,反应结束后降温分两个阶段,先降温至70-90℃导料,然后再降至30-50℃;

优选地,加入无水甲醇,搅拌后继续降温至5-20℃;

优选地,赖氨酸月桂酸盐和三甲苯的质量比为1:2-10;

优选地,赖氨酸月桂酸盐和甲醇的质量比为1:1-5。

4. 根据权利要求1-3任一项所述的制备方法,其特征在于,步骤(3)中醋酸重结晶过程为:月桂酰赖氨酸粗品和冰醋酸混合后升温回流至固体完全溶解,降温,过滤。

5. 根据权利要求4所述的制备方法,其特征在于,所述升温为升温至115-130℃,优选为120℃,回流的时间为0.5小时以上,优选为1小时;

优选地,降温分两个阶段,首先降温至100-110℃,优选为105℃导料,然后再至10~20℃,优选为15℃;

优选地,月桂酰赖氨酸粗品和冰醋酸的质量比为1:5-20。

6. 根据权利要求1-5任一项所述的制备方法,其特征在于,步骤(3)中活性炭脱色过程为:将醋酸重结晶过滤所得滤饼与冰醋酸、活性炭混合后升温回流至固体完全溶解,降温,热过滤滤去活性炭,再降温,放置,过滤。

7. 根据权利要求6所述的制备方法,其特征在于,所述升温为升温至110-130℃,回流的时间为0.5小时以上;

优选地,第一次降温至100-115℃,再降温至10~20℃,放置的时间为3小时以上。

8. 根据权利要求6或7所述的制备方法,其特征在于,活性炭的量为滤饼质量的2-5%;

优选地,滤饼与冰醋酸的质量比为1:5-15。

9. 根据权利要求1-8任一项所述的制备方法,其特征在于,步骤(3)中醇洗过程为:将活性炭脱色所得滤饼加入甲醇中搅拌,过滤。

10. 根据权利要求9所述的制备方法,其特征在于,搅拌的时间为15min以上;  
优选地,滤饼与甲醇的质量比为1:3-10。

## 一种N-月桂酰-L-赖氨酸的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于化学产品制备领域,具体涉及一种N-月桂酰-L-赖氨酸的制备方法。

### 背景技术

[0002] 月桂酰赖氨酸(N-Lauroyl-L-lysine,简称:LL,CAS:52315-75-0)是一种化学物质,分子式为 $C_{18}H_{36}N_2O_3$ ,全称为N-月桂酰-L-赖氨酸。月桂酰赖氨酸是由月桂酸和L-赖氨酸合成并经过分离纯化所得。原料来源于天然,具有良好的生物降解性,非常安全。

[0003] LL具有高润滑性、柔滑的肤感、低磨擦系数、具有抗静电、抗氧化性,不溶于水及多数有机溶剂,可溶于浓酸、碱,但长时间易导致分解。LL的层状晶体结构使其手感滑爽细腻、柔软如丝,已被用于高端化妆品粉体的表面处理,用于粉底乳、洁面品等。LL用于彩妆、化妆品粉体处理,赋予粉体很好的贴肤感、柔滑感及疏水性。LL还可用于粉底乳、腮红液等高端洁面品以及云母粉、 $TiO_2$ 的表面处理领域。

[0004] 月桂酰赖氨酸的制备方法通常为由L-赖氨酸与月桂酸酰化、纯化而得到。赖氨酸直接酰胺化的不足在于获得的是几个化合物的混合物,并且副反应多,后处理很麻烦,收率很低,不足30%,无法或很难获得高品质的月桂酰赖氨酸。

### 发明内容

[0005] 为此,本发明的目的在于提供一种N-月桂酰-L-赖氨酸的制备方法。本发明的制备方法获得的N-月桂酰-L-赖氨酸的纯度高,产物收率高。

[0006] 为解决上述技术问题,本发明采用如下技术方案:

[0007] 一种N-月桂酰-L-赖氨酸的制备方法,包括如下步骤:

[0008] (1) 赖氨酸月桂酸盐的制备:将甲醇、月桂酸、赖氨酸浓缩液混合后升温回流反应后降温,分离,干燥得赖氨酸月桂酸盐;

[0009] (2) 月桂酰赖氨酸粗品的制备:将步骤(1)所得赖氨酸月桂酸盐和三甲苯混合后升温回流反应,反应结束后降温,加入无水甲醇,搅拌后继续降温,然后分离,干燥得到月桂酰赖氨酸粗品;

[0010] (3) 粗品的纯化:将步骤(2)所得月桂酰赖氨酸粗品经过醋酸重结晶、活性炭脱色、醇洗后分离,干燥制得N-月桂酰-L-赖氨酸精品。

[0011] 本发明通过控制反应条件,生成中间体赖氨酸月桂酸盐,然后再经过与三甲苯反应后制得月桂酰赖氨酸粗品,经纯化后制得高纯度的N-月桂酰-L-赖氨酸精品,避免了直接酰胺化获得多种混合物的不足,使得产品的收率大大提高,可达50%以上,产品纯度可达99%以上。

[0012] 图1为本发明的步骤(1)中的中间体盐合成流程示意图。

[0013] 作为优选,步骤(1)中升温至回流,例如升温至50-80℃,优选为65℃,回流反应的时间为4小时以上,优选为5~8小时,更优选为6小时。

[0014] 优选地,降温分两个阶段,首先降温至10-30℃,如室温,优选为20℃导料,然后再

至-5~5℃,优选为0℃。

[0015] 优选地,干燥的温度为50-80℃,优选为60-65℃。

[0016] 分离可采用本领域已知的技术,如离心分离、过滤等手段。分离后的滤液可蒸馏回收甲醇。

[0017] 回流反应可在搅拌下进行。

[0018] 优选地,所述赖氨酸浓缩液中赖氨酸的浓度为40-65%,优选为56%。赖氨酸浓缩液是由赖氨酸和水构成的。

[0019] 优选地,所述月桂酸和赖氨酸的摩尔比为1:0.5-2,优选为1:1。

[0020] 优选地,所述月桂酸和甲醇的质量比为1:5-20,优选为1:8-12。

[0021] 作为优选,步骤(2)中升温分两个阶段,先是升温至100-120℃,优选为110℃,保温反应至无甲醇馏出,然后以5-15℃/小时,优选10℃/小时升温至150-200℃,优选为170-180℃,回流至无水脱出时停止反应。

[0022] 优选地,反应中生成的水,通过分水器分离出来。

[0023] 优选地,反应结束后降温分两个阶段,先降温至70-90℃,优选为80℃,导料,然后再降至30-50℃,优选为40℃。

[0024] 优选地,加入无水甲醇,搅拌后继续降温至5-20℃,优选为10℃。

[0025] 优选地,赖氨酸月桂酸盐和三甲苯的质量比为1:2-10,优选为1:5左右。

[0026] 优选地,赖氨酸月桂酸盐和甲醇的质量比为1:1-5,优选为1:2左右。

[0027] 分离可采用本领域已知的技术,如离心分离、过滤等手段。分离后的滤液可蒸馏回收三甲苯和甲醇。

[0028] 作为优选,步骤(3)中醋酸重结晶过程为:月桂酰赖氨酸粗品和冰醋酸混合后升温回流至固体完全溶解,降温,分离。分离后的滤液可进行蒸馏回收利用,滤饼进行脱色处理。

[0029] 优选地,所述升温为升温至110-130℃,优选为120℃,回流的时间为0.5小时以上,优选为1小时。

[0030] 优选地,降温分两个阶段,首先降温至100-110℃,优选为105℃导料,然后再至10~20℃,优选为15℃。月桂酰胺粗品在脱色前,优选进行两次以上的酸洗,酸洗过程中不使用活性炭,操作上只存在一个物料趁热导料的过程,是酸洗过程的关键操作点。该过程不用活性炭脱色,可只经过2次酸洗,减少了使用活性炭后的过滤过程,如果使用活性炭则需要进行热过滤,操作比较复杂,本发明的上述工艺则简化了操作步骤,降低了操作的难度。

[0031] 优选地,月桂酰赖氨酸粗品和冰醋酸的质量比为1:5-20,优选为1:10-15。

[0032] 作为优选,活性炭脱色过程为:将醋酸重结晶分离所得滤饼与冰醋酸、活性炭混合后升温回流至固体完全溶解,降温,热分离除去活性炭,再降温,放置,分离。分离可采用本领域已知的技术,如离心分离、过滤等手段。分离后的滤液可进行蒸馏回收利用,滤饼进行醇洗处理。

[0033] 优选地,所述升温为升温至115-130℃,优选为120℃,回流的时间为0.5小时以上,优选为1小时。

[0034] 优选地,第一次降温至100-115℃,优选为110℃,再降温至10~20℃,优选为15℃,放置的时间为3小时以上,优选为5小时。

[0035] 优选地,活性炭的量为滤饼质量的2-5%,优选为3%。

- [0036] 优选地,滤饼与冰醋酸的质量比为1:5-15,优选为1:10。
- [0037] 作为优选,醇洗过程为:将活性炭脱色所得滤饼加入甲醇中搅拌,过滤。
- [0038] 优选地,搅拌的时间为15min以上,优选为30min。
- [0039] 优选地,滤饼与甲醇的质量比为1:3-10,优选为1:5。
- [0040] 步骤(2)和(3)中干燥的温度可为80-90℃。
- [0041] 上述分离后的滤液均可进行蒸馏处理,经回收后重复利用。
- [0042] 本发明中所用的液体物料如赖氨酸浓缩液、醋酸、三甲苯和甲醇等的投料是利用真空通过上料管道投入反应器内。直接投料的话,投料口位于操作平台的上方,需要将液体物料运输到平台上;利用真空,则物料在平台下方即可投入反应器内,不需要搬运,省时省力。
- [0043] 本发明的N-月桂酰-L-赖氨酸的制备方法包括赖氨酸月桂酸盐的制备、月桂酰赖氨酸粗品的制备、粗品的纯化三个步骤,通过合理地控制各步骤的操作温度(尤其是中间体盐合成和粗品合成中升温、降温温度)、时间、原料比例等条件使得本发明的制备方法获得了较高的收率,达50%以上,制得产品具有很高的纯度,可达99%以上。

#### 附图说明

- [0044] 图1为中间体盐合成流程示意图;
- [0045] 图2为粗品合成流程示意图;
- [0046] 图3为精品酸洗流程示意图;
- [0047] 图4为精品脱色流程示意图。

#### 具体实施方式

- [0048] 为便于理解本发明,本发明列举实施例如下。本领域技术人员应该明了,所述实施例仅仅用于帮助理解本发明,不应视为对本发明的具体限制。
- [0049] 所用设备
- [0050] 下面实施例所用设备如下表1中所示。
- [0051] 表1

[0052]

设备名称	规格	附属装置及配置	用途
1#反应釜	1000	蒸汽、循环水、盐水	用于醇洗
2#反应釜	1000	蒸汽、循环水、盐水	用于冷却或收集滤液
3#反应釜	1000	石墨冷凝器10方	用于盐合成
		盐水、循环水、蒸汽	
4#反应釜	1000	石墨冷凝器10方	用于盐合成或冷却
		盐水、循环水、蒸汽	
5#反应釜	2000	石墨冷凝器10方	用过重结晶冷却
		盐水、循环水、蒸汽	
6#反应釜	2000	石墨冷凝器10方	用过重结晶加热溶解
		盐水、循环水、蒸汽	
		热过滤装置(300方搪瓷釜)	
8#反应釜	2000	石墨冷凝器10方	用于粗品合成后的冷却
		盐水、循环水、蒸汽	
9#电加热油釜	1500	石墨冷凝器10方	用于脱水合成粗品
		分水装置	
		油储罐	
		导油泵	

[0053]

10#反应釜	5000	石墨冷凝器10方	用于甲醇和三甲苯蒸馏
		盐水、循环水、蒸汽	
		储罐300*2	
11#反应釜	3000	石墨冷凝器10方	用于醋酸蒸馏
		盐水、循环水、蒸汽	
		储罐2000方	
水式真空泵		配备二级泵,用于三甲苯蒸馏。	
吊带式离心机			

[0054] 所用物料如下:

[0055] 月桂酸:学名十二(烷)酸,分子式: $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{COOH}$ ,分子量:200。有月桂油的气味,白色针状结晶体。相对密度0.8679(50℃)。熔点44℃。沸点225℃(13.3千帕,100毫米汞柱)。不溶于水,溶于乙醇、乙醚和苯等。用于制醇酸树脂、润湿剂、洗涤剂、杀虫剂等。由椰子油的脂肪酸中分出。赖氨酸:结构式为 $\text{H}_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{NH}_2)\text{COOH}$ ,分子式: $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_2$ ,分子量:146。赖氨酸是人体必需的一种氨基酸,它是人体所必需的营养物质,但是身体不能自己产

生它,它必须通过日常饮食和营养补品获得。作为一种氨基酸,它是蛋白质必不可少的组成部分。这种营养对于身体适当的成长和发展起到了重要作用,它是肉碱生产的一个重要组成部分。肉碱负责将一些不饱和脂肪酸转化为能量,还有助于降低胆固醇水平。它和其他营养一起形成胶原蛋白。胶原蛋白在结缔组织,骨骼,肌肉,肌腱和关节软骨中扮演了重要角色。此外,赖氨酸也有助于身体吸收钙。

[0056] 甲醇:无色、易燃、易挥发的有毒液体,常温下对金属无腐蚀性(铅、铝除外),略有酒精气味。分子量32.04,相对密度0.792(20/4℃),熔点-97.8℃,沸点64.5℃,燃烧热725.76KJ/mol,闪点12.22℃,自燃点463.89℃,蒸气密度1.11,蒸气压13.33KPa(100mmHg,21.2℃),蒸气与空气混合物爆炸极限6~36.5%(体积比),能与水、乙醇、乙醚、苯、酮、卤代烃和许多其他有机溶剂相混溶,但是不与石油醚混溶,遇热、明火或氧化剂易燃烧。挥发途中也会使物体油漆表面遭腐蚀。

[0057] 三甲苯:是一种均三甲苯和偏三甲苯的混合物,密度:0.8637,熔点:-44.7℃,沸点:164.72℃,闪点:44℃。

[0058] 冰醋酸:乙酸在常温下是一种有强烈刺激性酸味的无色液体。乙酸的熔点为16.6℃(289.6K)。沸点117.9℃(391.2K)。相对密度1.05,闪点39℃,爆炸极限4%~17%(体积)。纯的乙酸在低于熔点时会冻结成冰状晶体,所以无水乙酸又称为冰醋酸。乙酸易溶于水和乙醇,其水溶液呈弱酸性。

[0059] 赖氨酸浓缩液:赖氨酸是人体必需的一种氨基酸。赖氨酸浓缩液由赖氨酸和水组成,赖氨酸的含量50%左右。

[0060] 本发明的制备方法过程如下

[0061] 1、赖氨酸月桂酸盐的制备

[0062] 将甲醇、月桂酸、赖氨酸浓缩液加入到三口烧瓶内,搅拌、加热,升温至回流,回流反应约6小时。反应结束,先降温至20℃导料,再降温至0℃,过滤。回收甲醇滤液(套用),固体烘干、称重,得中间体盐。

[0063] 2、月桂酰赖氨酸的制备

[0064] 脱水:将上述赖氨酸月桂酸盐、三甲苯加入到三口烧瓶内,烧瓶上配备分水器,搅拌、先是升温至110℃,保温反应至无甲醇馏出,然后以10℃/小时升温至170℃左右,开始回流,反应生成的水,透过分水器,将水分离。回流反应约6小时,至无水脱出时停止反应,先降温至80℃左右导料,再降温至40℃左右,加入无水甲醇,继续搅拌,温度降至10℃,然后过滤。收集滤液,待蒸馏,回收三甲苯和甲醇。滤饼进行干燥,称重,得月桂酰胺粗品。

[0065] 3、重结晶:

[0066] 酸洗:将粗品和冰醋酸加入三口烧瓶内,搅拌、加热,升温至120℃左右,开始回流,回流约1小时,至固体完全溶解,首先降温至105℃导料,再降温至15℃左右,过滤,收集滤液,滤饼进行脱色处理。

[0067] 脱色:将滤饼加入三口烧瓶内,然后加入冰醋酸,同时加入活性炭,搅拌、加热,升温至120℃左右,开始回流,回流约1小时,至固体完全溶解,然后降温至110℃左右,进行热过滤,滤去活性炭,收集滤液,冷却降温结晶。滤液温度降至15℃左右,放置5小时,然后进行过滤,收集滤液,滤饼进行醇洗处理。

[0068] 醇洗:将上述滤饼,加入到烧瓶内,同时加入甲醇,常温搅拌0.5小时,然后进行过



滤,收集滤液,滤饼进行干燥处理,得N-月桂酰-L-赖氨酸精品。

[0069] 上述收集,均可进行蒸馏处理,经回收后,重复利用。

[0070] 月桂酰赖氨酸制备方法中原料的量及纯度、收率如下表2中所示。其中赖氨酸浓缩液的浓度为50%。

[0071] 从表2可以看出,本发明制备方法取得了50%以上的收率,制得产物的纯度在99%以上。

[0072] 表2

[0073]

名称	g											
	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
批次	31	32	34	35	36	37	38	39	40	41	42	43
步骤(1)中												
赖氨酸浓缩液	46.8	46.8	47	47	46.8	47	46.8	46.8	46.8	46.8	46.8	46.8
月桂酸	32	32	32	32	32	32	32	32	32	32	32	32
甲醇	300		补 65	补 50	288		补 55	补 65	288	补 15		补 10
中间体盐	48.3	55	53.8	48.5	46.4	55.2	52	50	46.8	52	53	55.8
步骤(2)中												
中间体盐	48.3	55	53.8	48.5	46.4	55.2	52	50	46.8	52	53	55.8
三甲苯	275	275	275	275	290	290	275	275	275	275	275	275
甲醇	90	100	90	100	90	90	90	90	100	100	100	100
月桂酰胺	36	40	38	34	34	39	37.5	36.4	31	37	35	36
步骤(3)中												
月桂酰胺	36	40	38	34	34	39	37.5	36.4	31	37	35	36
冰醋酸	400	400	400	400	400	400	400	400	400	400	400	400

[0074]

活性炭	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
甲醇	150	150	150	150	150	150	150	150	150	150	150	150
精品	24	28	25.3	22	21.5	23	25	20	20	26.1	25	23
纯度(%)	99.5	99.6	99.1	99.3	99.0	99.1	99.1	99.2	99.2	99.0	99.1	99.2
折百质量	29.4	27.6	28.3	27.5	28.5	28.3	27.3	28	26.3	27.6	27.2	28.8
平均折百	28.2				28.0				27.5			
收率(%)	54				53				52			

[0075] 本发明也可以车间连续化生产,产率可达40%左右,成本在11万/吨。

[0076] 车间连续生产的具体工艺过程如下:

[0077] 一、合成盐过程

[0078] 合成盐过程可参见图1,具体包括如下过程。

[0079] 1、物料简述

[0080] 合成盐工段中,所涉及到的物料为甲醇(溶剂)、月桂酸(固体)、赖氨酸浓缩液(液

体)等三种物料。

## [0081] 2、防护措施

[0082] 关于甲醇操作的防护:呼吸系统防护:可能接触其粉尘时,应该佩带防毒口罩。必要时佩带防毒面具。眼睛防护:戴化学安全防护眼镜。防护服:穿工作服(防腐材料制作)。手防护:戴橡皮手套。其它:工作后,淋浴更衣。单独存放被毒物污染的衣服,洗后再用。保持良好的卫生习惯。

## [0083] 3、上料操作

[0084] 液体物料甲醇和赖氨酸浓缩液的投料,利用真空泵通过上料管将物料抽入反应釜内;固体物料月桂酸的投料,打开反应釜人孔釜盖,直接将定量的月桂酸投入反应釜内。

## [0085] 4、反应过程操作

[0086] (1) 物料投入3#反应釜后,对设备进行检查,检查内容包括冷凝器盐水进出口阀门、反应釜夹套盐水和循环水的进出口阀门、蒸汽进出口阀门以及反应釜的放空阀门等,检查结果符合要求后,缓慢开启蒸汽阀门进行加热升温。

[0087] (2) 升温过程,通过对蒸汽的控制,1.5小时升温至65℃左右,出现回流现象。开始回流后,通过控制蒸汽量,保持回流7小时左右,回流结束后,关闭蒸汽,开启循环水进行降温。

[0088] (3) 温度降至室温后,开启真空进行导料,将物料导入4#反应釜内,并开启4#反应釜的盐水进出口阀门,对物料进行降温,待温度降至5℃以下时,进行离心过滤操作。

[0089] (4) 导料结束后,3#反应釜进行下一批次的投料,继续进行下一批的合成反应。

## [0090] 5、离心过滤过程

[0091] (1) 当4#反应釜内,温度降至5℃以下时,将离心机准备就绪,并进行安全性检查,然后进行离心过滤。低速启动离心机,等到转速稳定后,将离心机调到中速,等转速稳定后,开放料离心。

[0092] (2) 离心过程中,物料的流速控制在离心机滤液出口无固体料为准,在滤液澄清且流速快的情况下,尽量提高放料速度。若滤液中带有固体料时,将放料速度调小或者短暂关闭放料阀门。

[0093] (3) 当放料总量达到规定的放料量后,停止放料,然后中速甩干1小时后,将离心速度调至高速,继续甩干3小时,至无滤液流出时,逐级关闭离心机。

[0094] (4) 出料时,操作人员一定要配戴防毒面具,同时戴塑胶手套,做好自我防护工作。出料后,对物料进行称重,并对离心机进行清理,同时将离心机调到下一离心过滤状态,待下一批次物料继续进行离心过滤。

[0095] (5) 在离心过滤过程中,滤液收集桶内滤液要及时的打到储罐内,禁止出现滤液溢出,造成损失的情况发生。离心结束后,要对收集的总滤液量进行称重记录。

## [0096] 二、脱水过程

[0097] 即粗品合成过程,可参见图2,具体包括如下过程。

### [0098] 1、物料简述

[0099] 在脱水工段中,所涉及到的物料为三甲苯、甲醇(溶剂)、月桂酰赖氨酸盐(固体)等三种物料。

### [0100] 2、防护措施

[0101] 关于三甲苯操作的防护:呼吸系统防护:空气中浓度较高时,佩戴过滤式防毒面具(半面罩)。紧急事态抢救或撤离时,建议佩戴空气呼吸器。眼睛防护:戴化学安全防护眼镜。身体防护:穿防毒物渗透工作服。手防护:戴橡胶手套。其它:工作现场禁止吸烟、进食和饮水。工作毕,淋浴更衣。注意个人清洁卫生。

[0102] 甲醇的防护参考合成盐过程中的甲醇操作防护措施。

[0103] 3、上料操作

[0104] 液体物料三甲苯和甲醇的投料,利用真空泵通过上料管将物料抽入反应釜内;固体物料月桂酰赖氨酸的投料,打开反应釜人孔釜盖,直接将定量的月桂酰赖氨酸投入反应釜内。

[0105] 上料过程中,涉及到三甲苯和甲醇等物料,要按照防护措施要求,做好防护工作。真空泵的使用按照真空泵的操作要求进行。

[0106] 4、反应过程操作

[0107] (1) 投料结束后,检查油釜的釜况,包括釜体本身、导油管道、电加热控制箱、冷凝器以及电机减速机等状况。

[0108] (2) 在上述情况符合反应安全操作要求后,开启搅拌电机、开启一组电加热棒,对油釜进行加热升温。控制箱的初始温度设定在100℃,

[0109] (3) 当油温升到100℃后,保温2小时,直到釜内温度稳定,且釜内温度与油温的温差不超过15℃。

[0110] (4) 釜内温度稳定后,调节电加热系统,继续升温。每次设定温度比原有温度提高10℃,并在温度升至设定温度后,保温反应1小时。然后继续调节升温10℃,直到温度升至180℃时停止。

[0111] (5) 升温过程中,要不断将分水器中的水层放出。升至规定温度后,保温反应6小时。反应结束后,关闭电加热棒,开启导油泵,进行冷油、热油循环降温。

[0112] (6) 温度降至规定温度后,规定温度为85℃,将釜内物料进行利用真空导入8#冷却釜内。导料前打开盐水阀门进行降温。

[0113] (7) 物料导入8#反应釜后,利用盐水进行降温至40℃,然后打开真空通过上料管,将甲醇打入釜内。操作时,要按照甲醇的操作防护措施,进行防护。

[0114] (8) 当反应釜内温度降至10℃左右时,准备离心过滤工作。

[0115] 5、离心过滤过程

[0116] (1) 当8#反应釜内,温度降至10℃以下时,将离心机准备就绪,并进行安全性检查,然后进行离心过滤。低速启动离心机,等到转速稳定后,将离心机调到中速,等转速稳定后,开放料离心。

[0117] (2) 离心过程中,物料的流速控制在离心机滤液出口无固体料为准,在滤液澄清且流速快的情况下,尽量提高放料速度。若滤液中带有固体料时,将放料速度调小或者短暂关闭放料阀门。

[0118] (3) 当放料总量达到规定的放料量后,停止放料,然后中速甩干1小时后,将离心速度调至高速,继续甩干3小时,至无滤液流出时,逐级关闭离心机。

[0119] (4) 出料时,操作人员一定要配戴防毒面具,同时戴塑胶手套,按照三甲苯和甲醇的防护要求,做好自我防护工作。出料后,对物料进行称重,并对离心机进行清理,同时将离

离心机调到下一离心过滤状态,待下一批次物料继续进行离心过滤。

[0120] (5) 在离心过滤过程中,滤液收集桶内滤液要及时的打到储罐内,禁止出现滤液溢出,造成损失的情况发生。离心结束后,要对收集的总滤液量进行称重记录。

[0121] 三、重结晶过程

[0122] 1、物料简述

[0123] 在重结晶过程中,所涉及到的物料为醋酸(溶剂)、月桂酰胺粗品和活性炭(固体)等三种物料。

[0124] 2、上料操作

[0125] 液体醋酸的上料,通过上料管,利用真空将物料投入反应釜内。投料时要配戴防护的面具、眼镜以及戴塑胶手套进行防护,防止醋酸与皮肤和衣服接触。固体月桂酰胺粗品和活性炭通过反应釜入口投入釜内,投料时,要防止釜内溶剂溅出釜外,采用合适的投料方式和防护措施。

[0126] 3、反应过程操作

[0127] (一)、酸洗过程

[0128] 酸洗过程可参见图3,具体包括如下过程。

[0129] 月桂酰胺粗品在脱色前,需要进行两次酸洗,酸洗过程中不使用活性炭,操作上只存在一个物料趁热导料的过程,是酸洗过程的关键操作点。

[0130] (1) 酸洗过程中,当物料投料完毕后,检查反应釜釜体以及冷凝器状况,检查符合安全要求和操作要求后,开启搅拌电机,缓慢打开蒸汽阀门,对物料进行加热升温。同时通过控制蒸汽阀门,控制蒸汽流量,从而控制加热升温的速度。

[0131] (2) 升温时间控制4小时左右,温度升至醋酸开始回流,约110℃左右,然后稍微关闭蒸汽阀门,保持回流反应1小时。

[0132] (3) 回流反应结束后,利用真空将物料导入5#反应釜内。导料前0.5小时,要打开导料罐的蒸汽加热,将导料罐进行预热,蒸汽压力控制2个压力左右。开始导料前,要打开5#反应釜的盐水进出口阀门,在物料导入釜内后,对物料进行降温。

[0133] (4) 导料结束后,5#反应釜继续进行降温,降至釜内温度15-20℃之间时,准备进行离心过滤操作。

[0134] (5) 导料过程中,由于物料温度高,要做好安全防护措施。防止热醋酸对人体和设备等造成伤害和腐蚀。

[0135] (6) 酸洗过程和导料过程结束,对釜体、导料装置以及周围工具进行清理整理工作。5#根据情况进行下一批次的酸洗投料和升温回流。

[0136] (二) 热过滤脱色过程

[0137] 脱色过程可参见图1,具体包括如下过程。

[0138] (1) 热过滤脱色过程中,要向釜内加热适量的活性炭,对物料进行吸附脱色。升温过程和回流反应过程与酸洗过程相同,操作时按照酸洗过程进行操作。

[0139] (2) 回流反应过程中,将导料罐内放入过滤板和滤布等热过滤设备,同时在热过滤前0.5小时,打开导料罐的蒸汽阀门,对导料罐进行蒸汽预热。

[0140] (3) 热过滤设备准备就绪后,打开5#釜真空、导料管道阀门,同时控制6#釜的放料阀门,控制放料速度,进行热过滤。

[0141] (4) 放料速度控制在,热过滤釜内无液体残留为基准。在釜内无液体残留的情况,尽量的加快放料速度。

[0142] (5) 在热过滤过程中,要对6#反应釜进行适度的保温,保持反应釜内的温度稳定。

[0143] (6) 热过滤过程中,由于物料温度高,要做好安全防护措施,防止热醋酸对人体和设备等造成伤害和腐蚀。

[0144] (7) 热过滤结束后,继续对5#反应釜进行盐水降温,温度降至15-20℃后,准备过滤离心操作。

[0145] (8) 热过滤结束后,当导料罐内温度降至室温后,将导料罐内的活性炭清理收集。操作时,由于固体含有醋酸,要按照醋酸的防护要求做好安全防护措施。脱色之后的滤饼进行醇洗。

[0146] (9) 热过滤过程结束后,将热过滤装置进行清理整理,准备进行下一批次的生产操作。

#### [0147] 5、离心过滤过程

[0148] (1) 当5#反应釜内,温度降至15-20℃之间时,将离心机准备就绪,并进行安全性检查,然后进行离心过滤。低速启动离心机,等到转速稳定后,将离心机调到中速,等转速稳定后,开放料离心。

[0149] (2) 离心过程中,物料的流速控制在离心机滤液出口无固体料为准,在滤液澄清且流速快的情况下,尽量提高放料速度。若滤液中带有固体料时,将放料速度调小或者短暂关闭放料阀门。

[0150] (3) 当放料总量达到规定的放料量后,停止放料,然后中速甩干1小时后,将离心速度调至高速,继续甩干3小时,至无滤液流出时,逐级关闭离心机。

[0151] (4) 出料时,操作人员一定要配戴防毒面具,同时戴塑胶手套,按照醋酸的防护要求,做好自我防护工作。出料后,对物料进行称重,并对离心机进行清理,同时将离心机调到下一离心过滤状态,待下一批次物料继续进行离心过滤。

[0152] (5) 在离心过滤过程中,滤液收集桶内滤液要及时的打到储罐内,禁止出现滤液溢出,造成损失的情况发生。离心结束后,要对收集的总滤液量进行称重记录。

#### [0153] 四、蒸馏过程

##### [0154] 1、甲醇的蒸馏回收

[0155] (1) 合成盐离心过滤过程中回收的滤液为甲醇、水和溶解的部分月桂酰赖氨酸盐,通过蒸馏回收甲醇,其中甲醇含有少量的水分。蒸馏初期水分的含量在3%左右,随着蒸馏的进行,温度不断的升高,回收的甲醇中,水分的含量也逐渐升高,当水分的含量超过8%时,停止蒸馏,或者向反应釜内加入另一批次的滤液,继续蒸馏。

[0156] (2) 蒸馏过程中,控制蒸汽的量不能过大,造成甲醇中水分的含量过高。同时在蒸馏后期,釜内物料不得有出现泡沫的情况。

[0157] (3) 蒸馏过程中,要定期的对甲醇馏分进行水分检测,并对回收的甲醇进行称重。回收的甲醇可以继续用于合成盐的反应过程中。

[0158] (4) 蒸馏结束后,将釜内的物料进行盐水降温,温度降至5℃左右时,对物料进行离心过滤。离心过滤过程参照盐合成过程中的物料离心过滤过程操作。

[0159] (5) 离心过滤出的固体可以进行脱水反应,生产粗品。离心过滤出的滤液主要含有

甲醇、水和溶解在液体中的月桂酰赖氨酸盐,可以直接的排入生化池中,进行生化降解处理。

#### [0160] 2、三甲苯的蒸馏回收

[0161] (1) 8#反应釜内物料在离心过滤后的滤液为三甲苯、甲醇和溶解在溶剂里的月桂酰胺粗品。滤液经收集后,打入10#反应釜内进行蒸馏回收甲醇和三甲苯,同时在蒸馏后期,将物料进行离心过滤收集固体。

[0162] (2) 滤液加入10#釜后,缓慢的打开蒸汽阀门,进行加热升温,同时收集温度低于110℃的馏分,该馏分为甲醇,含有少量的三甲苯。

[0163] (3) 当温度110℃时,馏分很少时,停止甲醇的收集,关闭反应釜蒸汽,同时打开夹套的循环水进出口阀门,对物料进行降温,温度降至85℃时,关闭循环水进出口阀门,开启水式真空泵以及二级泵,通过控制真空度,对物料进行减压蒸馏回收三甲苯馏分。

[0164] (4) 蒸馏过程中,当温度过低,馏分很少或者没有馏分的情况下,适当的调节蒸汽阀门,对物料进行升温,维持三甲苯的馏分稳定。

[0165] (5) 蒸馏后期,当馏分很少时,可以对反应釜内的物料进行降温,将另一批次的滤液投入釜内,继续进行蒸馏回收甲醇和三甲苯。

[0166] (6) 当蒸馏结束后,反应釜内液体中有固体析出,物料相对粘稠,然后将釜内打入一定量的水,进行搅拌稀释。然后在温度降至室温后,进行离心过滤。收集固体物料进行烘干处理,该部分固体即为月桂酰胺粗品。

[0167] (7) 滤液为三甲苯、水和溶解的少量月桂酰胺粗品。由于三甲苯不可降解,该部分废水,需要进行焚烧处理。

#### [0168] 3、醋酸的蒸馏回收

[0169] (1) 5#反应釜内物料经离心过滤后,得到的滤液为醋酸,其中醋酸中溶解了少量的月桂酰胺和一些杂质等。该滤液需要进行蒸馏回收醋酸,回收后的醋酸可以继续投入到酸洗和脱色生产中。

[0170] (2) 收集的滤液投入11#釜后,开始进行升温常压蒸馏,蒸馏初期,馏分较小要控制冷凝器盐水的流量,防止醋酸冻结堵塞冷凝器,从而造成反应釜内压力增加,发生安全事故。

[0171] (3) 醋酸的蒸馏温度约100℃左右,当馏分稳定后,可以控制蒸汽的阀门,保持蒸馏过程的稳定。

[0172] (4) 在蒸馏过程中,随着馏分的增加,可以通过冷凝器盐水的进出阀门,控制馏分的温度,防止馏分温度过高造成溶剂的损失,又要防止馏分的温度过低,造成醋酸冻结等现象的发生。对冷凝器下方的视镜要进行巡检,如有异常要及时过处处理。

[0173] (5) 蒸馏后期,当釜内物料较少时,可以关闭蒸汽,开启循环水进行降温,温度降至30℃后,可将另一批次的醋酸滤液打入釜内,继续进行常压蒸馏。

[0174] (6) 多次蒸馏后,釜内物料中固体的含量增加,蒸馏后期,当物料粘稠后,向釜内打入一定的水,然后进行搅拌降温。温度降至室温后,对物料进行离心过滤,收集固体物料。

[0175] (7) 由于醋酸可以进行生化降解,离心过滤的滤液可以直接排入下水管道进入生化池进行生化处理。

#### [0176] 五、上料导料过程

[0177] 1、上料操作

[0178] (一)、液体物料的上料

[0179] (1) 液体物料的投料过程,是利用真空通过上料管道投入反应釜内。

[0180] (2) 所涉及到的液体物料为甲醇、三甲苯醋酸以及溶剂的滤液,在液体物料投料时,要针对不同的物料采取相应的防护措施,确保投料过程中的人身安全。

[0181] (3) 上料时,要首先对物料名称进行核对,同时要明确上料量,并对相关的信息进行记录,严禁出现上错料或者上料量出现错误的情况。

[0182] (4) 上料过程,首先将反应釜的底阀、放料阀以及放空阀门关闭,同时将真空管道以及真空泵的放空阀门关闭。然后开启真空泵,缓慢打开上料阀门,进行上料。

[0183] (5) 上料结束后,关闭上料阀门,打开反应釜放空阀门,以及真空泵的放空阀门,然后关闭真空泵。

[0184] (6) 上料结束后,要将剩余物料放置到规定的区域,并对上料工具和设备进行清理整理。

[0185] (二) 固体物料的上料

[0186] (1) 车间生产中,固体物料的投料是通过人孔投入反应釜内。

[0187] (2) 生产中所涉及到的物料为月桂酸、月桂酰赖氨酸盐和月桂酰胺粗品等。

[0188] (3) 投料时,可以打开反应釜人孔盖,然后将物料投入反应釜内,投料结束,将人孔盖盖上,并进行密封紧固。

[0189] (4) 投料时,要对物料名称和投料重量进行核对,严禁出现投料错误的情况,并对投料进行相应的记录。

[0190] (5) 投料结束后,要将剩余物料放置到规定的区域,并对上料工具和设备进行清理整理。

[0191] 2、导料操作

[0192] (1) 导料前,要对导料釜和导料管道进行检查,检查导料釜底阀、放料阀和釜体的放空阀门是否关闭,导料管道的阀门是否打开。

[0193] (2) 关闭真空放空阀门,以及真空管道的放空阀门,开启真空泵。

[0194] (3) 打开放料釜的底阀以及放料阀门,将物料导入导料釜内。导料过程中要做好安全防护工作。并打开导料釜夹套的盐水进出口阀门,同时要开启冷凝器进出水阀门,对热物料进行降温回流。

[0195] (4) 导料结束,关闭放料的放料阀门和底阀,打开导料釜和真空管道的放空阀门,以及真空泵的放空阀门,然后关闭真空泵。

[0196] 显然,上述实施例仅仅是为清楚地说明所作的举例,而并非对实施方式的限定。对于所属领域的普通技术人员来说,在上述说明的基础上还可以做出其它不同形式的变化或变动。这里无需也无法对所有的实施方式予以穷举。而由此所引伸出的显而易见的变化或变动仍处于本发明创造的保护范围之内。

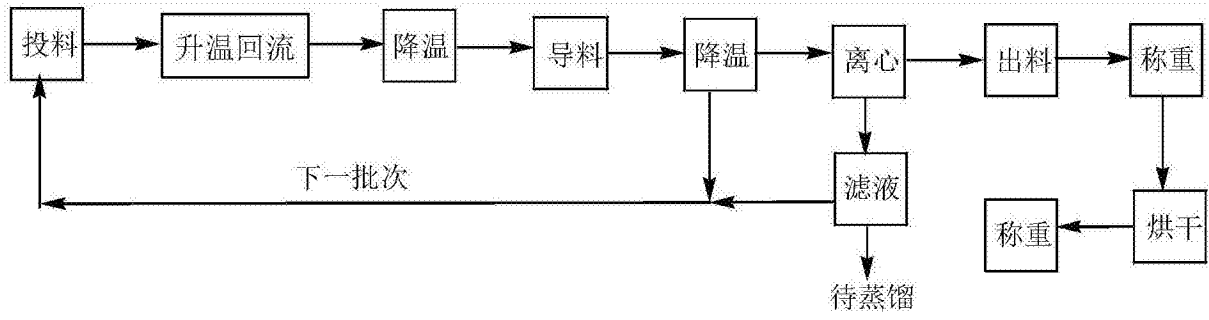


图1

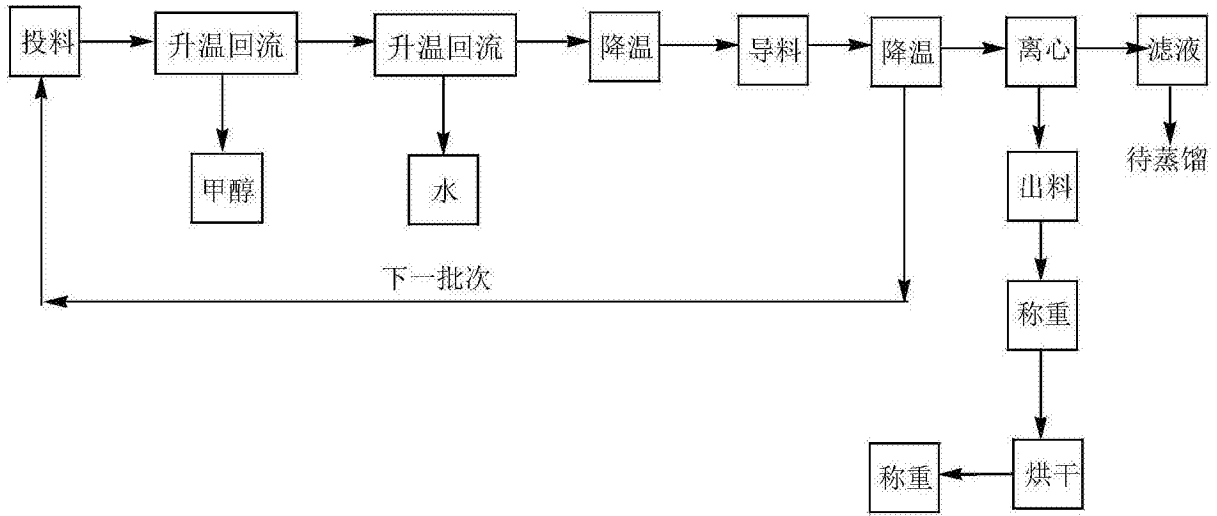


图2

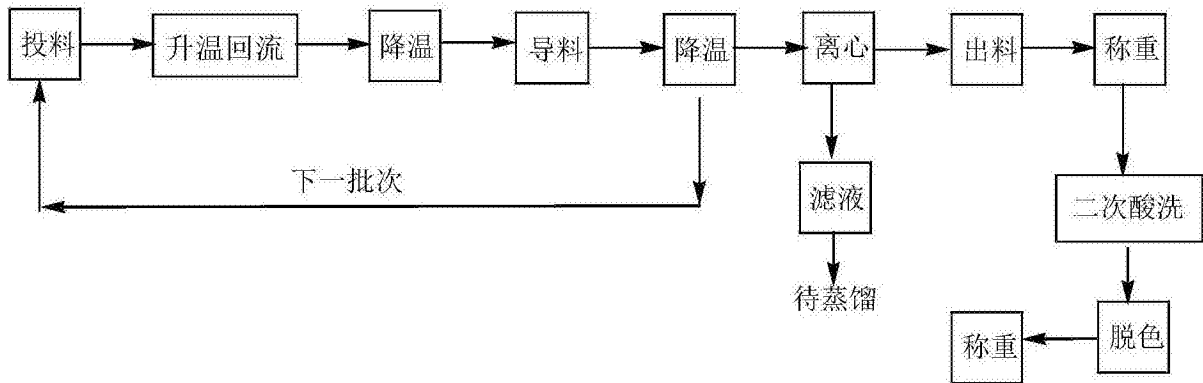


图3



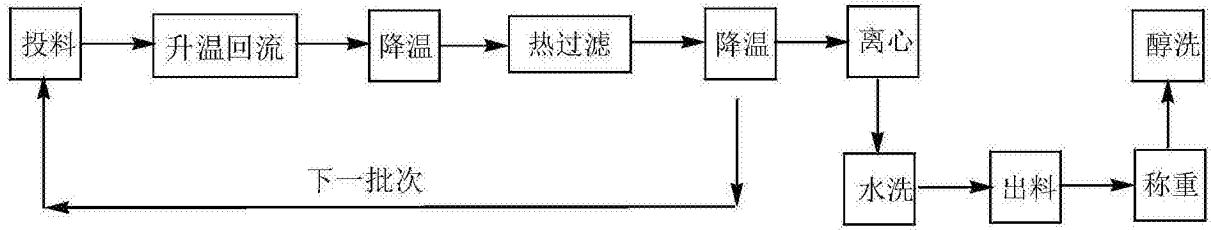


图4