



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 112592296 A

(43) 申请公布日 2021.04.02

(21) 申请号 202011515388.0

(22) 申请日 2020.12.21

(71) 申请人 浙江新和成股份有限公司

地址 312500 浙江省绍兴市新昌县七星街  
道达道西路418号

申请人 浙江新和成药业有限公司  
上虞新和成生物化工有限公司

(72) 发明人 姚祥华 何孝祥 汤泽铤 张祥  
邓家诚 唐文涛 梁柏安 田金金

(74) 专利代理机构 杭州知闲专利代理事务所  
(特殊普通合伙) 33315

代理人 朱滕琪

(51) Int. Cl.

C07C 303/32 (2006.01)

C07C 309/08 (2006.01)

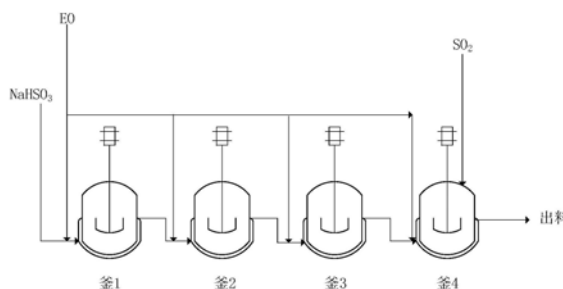
权利要求书1页 说明书6页 附图1页

(54) 发明名称

一种连续反应生产羟乙基磺酸钠的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种连续反应生产羟乙基磺酸钠的方法,以亚硫酸氢钠水溶液与环氧乙烷为原料进行加成反应,首先将一定浓度的亚硫酸氢钠水溶液以一定流速与一定流速的环氧乙烷混合,从第一反应器进入停留一段时间;第一阶段反应液以一定流速与一定流速的环氧乙烷混合后,进入第二反应器,停留一段时间后再以此方式,分别进入第三和第四反应器,第四反应器中需要添加酸性物质调节pH至7.0~8.0,最后出料。本方法通过将该加成反应分成至少四个阶段进行,并对每个阶段的工艺参数进行精确调控,有效地降低了环氧乙烷水解率与产物中乙二醇、聚乙二醇等副产物的含量,不仅提高了羟乙基磺酸钠的收率,也避免再进行后续的提纯工艺,更方便了其它使用。



1. 一种连续反应生产羟乙基磺酸钠的方法,以亚硫酸氢钠水溶液与环氧乙烷为原料进行加成反应,其特征在于,所述加成反应分成至少四个阶段进行,具体包括:

第一阶段:将亚硫酸氢钠水溶液与环氧乙烷通入第一反应器,控制亚硫酸氢钠与环氧乙烷的进料摩尔比为1:0.7~0.85,并控制反应器内的pH为5.5~6.0,温度为25~35℃,停留一段时间后出料;

第二阶段:将第一阶段制备的物料通入第二反应器,并通入环氧乙烷,控制第一阶段中所述亚硫酸氢钠与第二阶段所述环氧乙烷的进料摩尔比为1:0.05~0.2,并控制反应器内的pH为6.0~6.5,温度为35~45℃,停留一段时间后出料;

第三阶段:将第二阶段制备的物料通入第三反应器,并通入环氧乙烷,控制第一阶段中所述亚硫酸氢钠与第三阶段所述环氧乙烷的进料摩尔比为1:0.05~0.1,并控制反应器内的pH为6.5~7.0,温度为45~55℃,停留一段时间后出料;

第四阶段:将第三阶段制备的物料通入第四反应器,并通入环氧乙烷,控制第一阶段中所述亚硫酸氢钠与第四阶段所述环氧乙烷的进料摩尔比为1:0.05~0.1,并调节反应器内的pH为7.0~8.0,温度为55~70℃,停留一段时间后出料。

2. 根据权利要求1所述的连续反应生产羟乙基磺酸钠的方法,其特征在于,所述亚硫酸氢钠水溶液的浓度为20~40wt%。

3. 根据权利要求1所述的连续反应生产羟乙基磺酸钠的方法,其特征在于,所述亚硫酸氢钠水溶液的浓度为30~40wt%。

4. 根据权利要求1所述的连续反应生产羟乙基磺酸钠的方法,其特征在于:

所述第一阶段的停留时间为2~4h;

所述第二阶段的停留时间为1~2h;

所述第三阶段的停留时间为1~2h;

所述第四阶段的停留时间为1~2h。

5. 根据权利要求1所述的连续反应生产羟乙基磺酸钠的方法,其特征在于,第一阶段中,所述亚硫酸氢钠水溶液与所述环氧乙烷采用管道静态混合器进行混合。

6. 根据权利要求1所述的连续反应生产羟乙基磺酸钠的方法,其特征在于,各反应器中,物料搅拌方式包括搅拌浆搅拌或循环搅拌。

7. 根据权利要求1所述的连续反应生产羟乙基磺酸钠的方法,其特征在于,第四阶段中,通过添加酸性物质调节反应器内的pH为7.0~8.0。

8. 根据权利要求7所述的连续反应生产羟乙基磺酸钠的方法,其特征在于,所述酸性物质选自二氧化硫或亚硫酸。

## 一种连续反应生产羟乙基磺酸钠的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及羟乙基磺酸钠的制备领域,具体涉及一种连续反应生产羟乙基磺酸钠的方法。

### 背景技术

[0002] 羟乙基磺酸钠是生产椰油基羟乙基磺酸钠的主要原料,同时该产品在电镀、洗涤剂等行业广泛使用。可用作毛纺产品去垢剂、日用化工产品(如香波、高档香皂等)中间体、医药原料及精细化工产品的中间体。

[0003] 目前,羟乙基磺酸钠的制备主要由亚硫酸氢钠与环氧乙烷(EO)进行加成反应进行制备,广泛采用的生产工艺为:

[0004] 将亚硫酸氢钠配成30wt%~40wt%的水溶液,氮气置换、升温后,于60~90℃加入环氧乙烷开始反应,控制温度80~100℃,压力0~0.3Mpa。加入定量的环氧乙烷后,90~100℃熟化30~120分钟,得到质量浓度为40%~45%的羟乙基磺酸钠粗产品,杂质含量1.5%~2.0%,主要为乙二醇及其衍生物,环氧乙烷水解率约为1.0%~2.0%。这些杂质的存在会对进一步合成羟乙基磺酸钠衍生物的产品质量和收率造成影响,因此,需要降低产物羟乙基磺酸钠中的杂质含量。

[0005] 申请公布号为CN 111320558 A的中国专利文献中公开了一种牛磺酸合成方法,其中包括以亚硫酸氢钠水溶液与液态环氧乙烷进行加成反应得到含有羟乙基磺酸钠的加成反应液;该加成反应的温度、压力为:20~100℃,0.5bar~5bar,反应时间为10~120min。由于该加成反应液中含有副产物(主要是乙二醇、聚乙二醇),因此进一步利用纳滤膜对加成液进行过滤,通过不断的循环过滤最终将羟乙基磺酸钠与副产物进行分离。

[0006] 申请公布号为CN 102050764 A的中国专利文献中公开了一种羟乙基磺酸钠的提纯方法,具体公开了以新配的30~40wt%亚硫酸氢钠水溶液与环氧乙烷为原料,制得的40~45wt%的粗产品送入一效蒸发器于80~120℃浓缩至55~60wt%后,送入二效蒸发器于100~130℃进一步浓缩蒸发至72~75wt%,然后浓缩液进入连续结晶机,于20~80℃经重结晶1~6h,晶浆经离心分离,固体进入下道工序,分别回收母液,结晶残液;当产品中乙二醇含量达到0.1%wt以下时,提纯结束。

[0007] 以上工艺中均通过后处理的方式降低产物羟乙基磺酸钠中的杂质含量,延长了生产工序,增加了三废的产生,大大增加了生产成本。

### 发明内容

[0008] 针对上述问题,本发明公开了一种连续反应生产羟乙基磺酸钠的方法,通过对工艺流程与工艺参数的精确调控,有效地降低了环氧乙烷水解率与产物中乙二醇、聚乙二醇等副产物的含量,不仅提高了羟乙基磺酸钠的收率,也避免再进行后续的提纯工艺,更方便了其它使用。

[0009] 具体技术方案如下:

[0010] 一种连续反应生产羟乙基磺酸钠的方法,以亚硫酸氢钠水溶液与环氧乙烷为原料进行加成反应,所述加成反应分成至少四个阶段进行,具体包括:

[0011] 第一阶段:将亚硫酸氢钠水溶液与环氧乙烷通入第一反应器,控制亚硫酸氢钠与环氧乙烷的进料摩尔比为1:0.7~0.85,并控制反应器内的pH为5.5~6.0,温度为25~35℃,停留一段时间后出料;

[0012] 第二阶段:将第一阶段制备的物料通入第二反应器,并通入环氧乙烷,控制第一阶段中所述亚硫酸氢钠与第二阶段所述环氧乙烷的进料摩尔比为1:0.05~0.2,并控制反应器内的pH为6.0~6.5,温度为35~45℃,停留一段时间后出料;

[0013] 第三阶段:将第二阶段制备的物料通入第三反应器,并通入环氧乙烷,控制第一阶段中所述亚硫酸氢钠与第三阶段所述环氧乙烷的进料摩尔比为1:0.05~0.1,并控制反应器内的pH为6.5~7.0,温度为45~55℃,停留一段时间后出料;

[0014] 第四阶段:将第三阶段制备的物料通入第四反应器,并通入环氧乙烷,控制第一阶段中所述亚硫酸氢钠与第四阶段所述环氧乙烷的进料摩尔比为1:0.05~0.1,并调节反应器内的pH为7.0~8.0,温度为55~70℃,停留一段时间后出料。

[0015] 本发明通过将亚硫酸氢钠与环氧乙烷的加成工艺进行分步骤进行,并精确调控每一步骤的工艺参数,以实现在合成阶段有效控制环氧乙烷的水解率以及产物中乙二醇等副产物的产生。避免了再通过后续繁杂的后处理工艺去除杂质。

[0016] 本发明通过大量的试验对亚硫酸氢钠与环氧乙烷系统反应的特性进行了深入研究,将整个过程分为至少四个阶段,前期pH值较低有促进E0水解的作用,但由于亚硫酸氢钠与E0进料比例较大,且通过控制温度在较低值(温度越低越不利于水解),可将E0水解降低。同时亚硫酸氢钠大大过量的条件下,不影响亚硫酸氢钠与E0的正常反应(E0水解率可控制在较低值)。后期随着亚硫酸氢钠浓度逐渐降低,当第四个反应器中的环氧乙烷的进料量逐渐接近1倍当量,但进入的E0量较少,pH接近中性对于水解的影响已经很小,适当提高反应温度,即可促进使反应彻底(温度越高越有利于亚硫酸氢钠与E0的反应速度提高)。

[0017] 由于整个过程基本是在亚硫酸氢钠过量(控制一定投料比)的条件下进行的,环氧乙烷主反应的反应速率大于水解速率,同时,对不同阶段的温度和pH进行合理设置,及温度协同的方法,可有效地降低了环氧乙烷的水解,水解率低至约0.5%(正常工艺一般为1%~2%),乙二醇含量低于0.1%,聚乙二醇含量极低,几乎可以忽略,大大方便了后续的处理和使用,减少了后续的三废处理量。本系统为连续反应工艺,适合工业化生产。

[0018] 所述加成反应分为至少四个阶段进行,首先将一定浓度的亚硫酸氢钠水溶液以一定流速与一定流速的环氧乙烷混合后,从第一反应器进入,通过控制两原料液的流速比对第一反应器内的pH值进行调控,原料液的停留时间约2~4h;第一阶段反应液以一定流速与一定流速的环氧乙烷混合后,进入第二反应器,通过控制初始加入的亚硫酸氢钠水溶液与该次加入的环氧乙烷的流速比对第二反应器内的pH值进行调控,停留时间约1~2h,以此方式,再分别进入第三反应器和第四反应器,停留时间分别均为1~2h;在第四反应器中需要添加酸性物质调节反应器内pH,控制pH在7.0~8.0。最后出料,进到后续的结晶或者反应中。

[0019] 优选的,所述亚硫酸氢钠水溶液的浓度为20~40wt%;进一步优选为30~40wt%。经试验发现,优选的亚硫酸氢钠水溶液浓度下,会进一步促进E0的转化,降低E0水解率。

[0020] 第一阶段中,所述亚硫酸氢钠水溶液与所述环氧乙烷采用管道静态混合器进行混合。

[0021] 第二到第四阶段,各反应液与环氧乙烷的混合采用管道静态混合器进行混合。

[0022] 第一到第四阶段,各反应器中,物料搅拌方式包括搅拌浆搅拌或循环搅拌。该反应为放热过程,反应过程中需要进行换热操作。若采用搅拌浆搅拌,可设置夹套换热或内置盘管用于换热操作;若采用循环搅拌,可采用外置换热器用于换热操作。

[0023] 优选的,所述酸性物质选自二氧化硫或亚硫酸。

[0024] 从技术可行性上,该加成反应可以增加至五个阶段,甚至更多,但产物中E0水解率及乙二醇等杂质的含量降幅不大,基于生产成本出发,所述加成反应优选为上述四个阶段即可。

[0025] 与现有技术相比,本发明具有如下有益效果:

[0026] 本发明公开了一种连续反应生产羟乙基磺酸钠的方法,在现有原料工艺基础上,优化了工艺流程与工艺参数,实现了在合成阶段有效控制环氧乙烷的水解率以及产物中乙二醇等副产物的产生,避免了再通过后续繁杂的后处理工艺去除杂质,减少了后续的三废处理量。本系统为连续反应工艺,适合工业化生产。

[0027] 本连续生产工艺制备的产物中,E0水解率低至约0.5%,乙二醇含量低于0.1%,聚乙二醇含量极低,几乎可以忽略;目标产物羟乙基磺酸钠的收率高达99.5%。

## 附图说明

[0028] 图1为本发明实施例1中采用的连续反应生产羟乙基磺酸钠的部分流程示意图。

## 具体实施方式

[0029] 下面通过具体实施例对本发明作进一步说明,但本发明的保护范围不局限于以下实施例。

### [0030] 实施例1

[0031] 将质量浓度为30%的亚硫酸氢钠水溶液以78.78kg/h的流速进入釜1,同时通入E0,E0流速与釜1中pH进行连锁,控制釜内pH为5.5~6.0,E0流速控制范围为7kg/h~8.5kg/h,控制釜1温度为30~35℃,物料体积为195~205L,超过该体积,出料至釜2,同时通入E0,E0流速与釜2中pH进行连锁,控制釜内pH为6.0~6.5,E0流速控制范围为0.5kg/h~2kg/h,控制釜2温度为40~45℃,物料体积为100~105L,超过该体积,出料至釜3,同时通入E0,E0流速与釜3中pH进行连锁,控制釜内pH为6.5~7.0,E0流速控制范围为0.5kg/h~1kg/h,控制釜3温度为50~55℃,物料体积为100~105L,超过该体积,出料至釜4,同时通入E0,E0流速控制为0.5kg/h~1kg/h,通入SO<sub>2</sub>,并与釜4中pH进行连锁,控制釜内pH为7.0~8.0,控制釜4温度为60~65℃,物料体积为105~110L,超过该体积,出料。

[0032] 经检测,产物中乙二醇含量为0.08%,E0水解率为0.5%,羟乙基磺酸钠收率为99.5%。

### [0033] 对比例1

[0034] 将质量浓度为30%的亚硫酸氢钠水溶液以78.78kg/h的流速进入反应釜,同时通入E0,控制E0流速为9kg/h~10kg/h,使釜内溶液pH逐渐升高至6.5~7.0,控制反应温度为

60~65℃, pH达到6.5~7.0后, E0流速控制为10kg/h, 开始通入SO<sub>2</sub>, 并与釜中pH连锁, 控制釜内pH为7.0~8.0, 控制釜内物料体积650~700L, 超过该量, 开始出料。

[0035] 经检测, 产物中乙二醇含量为0.28%, E0水解率为1.76%, 羟乙基磺酸钠收率为98.24%。

[0036] 对比例2

[0037] 将质量浓度为30%的亚硫酸氢钠水溶液以78.78kg/h的流速进入反应釜1, 同时通入E0, E0流速与釜1中pH进行连锁, 第一阶段控制釜1内pH为6.5~7.0, E0流速控制范围为9kg/h~10kg/h, 控制釜1温度为50~55℃, 物料体积为500~550L, 超过该体积, 出料至釜2, 同时通入E0, E0流速控制为10kg/h, 开始通入SO<sub>2</sub>, 且与釜内pH连锁, 控制釜内pH为7.0~8.0, 控制釜2温度为60~65℃, 物料体积为130~140L, 超过该体积, 出料。

[0038] 经检测, 产物中乙二醇含量为0.17%, E0水解率为1.07%, 羟乙基磺酸钠收率为98.93%。

[0039] 对比例3

[0040] 将质量浓度为30%的亚硫酸氢钠水溶液以78.78kg/h的流速进入反应釜1, 同时通入E0, E0流速与釜1中pH进行连锁, 第一阶段控制釜1内pH为5.5~6.0, E0流速控制范围为7kg/h~8.5kg/h, 控制釜1温度为30~35℃, 物料体积为195~205L, 超过该体积, 出料至釜2, 同时通入E0, E0流速与釜2中pH进行连锁, 控制釜内pH为6.0~7.0, E0流速控制范围为1kg/h~2kg/h, 控制釜2温度为50~55℃, 物料体积为200~210L, 超过该体积, 出料至釜3, 同时通入E0, E0流速控制为0.5kg/h~1kg/h, 通入SO<sub>2</sub>, 并与釜3中pH进行连锁, 控制釜内pH为7.0~8.0, 控制釜3温度为60~65℃, 物料体积为105~110L, 超过该体积, 出料。

[0041] 经检测, 产物中乙二醇含量为0.1%, E0水解率为0.63%, 羟乙基磺酸钠收率为99.37%。

[0042] 对比例4

[0043] 将质量浓度为30%的亚硫酸氢钠水溶液以78.78kg/h的流速进入釜1, 同时通入E0, E0流速与釜1中pH进行连锁, 控制釜内pH为5.0~5.5, E0流速控制范围为7kg/h~8.5kg/h, 控制釜1温度为30~35℃, 物料体积为195~205L, 超过该体积, 出料至釜2, 同时通入E0, E0流速与釜2中pH进行连锁, 控制釜内pH为5.5~6.0, E0流速控制范围为0.5kg/h~2kg/h, 控制釜2温度为40~45℃, 物料体积为100~105L, 超过该体积, 出料至釜3, 同时通入E0, E0流速与釜3中pH进行连锁, 控制釜内pH为6.0~6.5, E0流速控制范围为0.5kg/h~1kg/h, 控制釜3温度为50~55℃, 物料体积为100~105L, 超过该体积, 出料至釜4, 同时通入E0, E0流速控制为0.5kg/h~1kg/h, 通入SO<sub>2</sub>, 并与釜4中pH进行连锁, 控制釜内pH为6.5~7.0, 控制釜4温度为60~65℃, 物料体积为105~110L, 超过该体积, 出料。

[0044] 经检测, 产物中乙二醇含量为0.18%, E0水解率为1.13%, 羟乙基磺酸钠收率为98.87%。

[0045] 对比例5

[0046] 将质量浓度为30%的亚硫酸氢钠水溶液以78.78kg/h的流速进入釜1, 同时通入E0, E0流速与釜1中pH进行连锁, 控制釜内pH为6.0~6.5, E0流速控制范围为7kg/h~8.5kg/h, 控制釜1温度为30~35℃, 物料体积为195~205L, 超过该体积, 出料至釜2, 同时通入E0, E0流速与釜2中pH进行连锁, 控制釜内pH为6.5~7.0, E0流速控制范围为0.5kg/h~2kg/h,

控制釜2温度为40~45℃,物料体积为100~105L,超过该体积,出料至釜3,同时通入E0,E0流速与釜3中pH进行连锁,控制釜内pH为7.0~7.5,E0流速控制范围为0.5kg/h~1kg/h,控制釜3温度为50~55℃,物料体积为100~105L,超过该体积,出料至釜4,同时通入E0,E0流速控制为0.5kg/h~1kg/h,通入SO<sub>2</sub>,并与釜4中pH进行连锁,控制釜内pH为7.5~9.0,控制釜4温度为60~65℃,物料体积为105~110L,超过该体积,出料。

[0047] 经检测,产物中乙二醇含量为0.12%,E0水解率为0.76%,羟乙基磺酸钠收率为99.24%。

[0048] 对比例6

[0049] 将质量浓度为30%的亚硫酸氢钠水溶液以78.78kg/h的流速进入釜1,同时通入E0,E0流速与釜1中pH进行连锁,控制釜内pH为5.5~6.0,E0流速控制范围为7kg/h~8.5kg/h,控制釜1温度为40~45℃,物料体积为195~205L,超过该体积,出料至釜2,同时通入E0,E0流速与釜2中pH进行连锁,控制釜内pH为6.0~6.5,E0流速控制范围为0.5kg/h~2kg/h,控制釜2温度为50~55℃,物料体积为100~105L,超过该体积,出料至釜3,同时通入E0,E0流速与釜3中pH进行连锁,控制釜内pH为6.5~7.0,E0流速控制范围为0.5kg/h~1kg/h,控制釜3温度为60~65℃,物料体积为100~105L,超过该体积,出料至釜4,同时通入E0,E0流速控制为0.5kg/h~1kg/h,通入SO<sub>2</sub>,并与釜4中pH进行连锁,控制釜内pH为7.0~8.0,控制釜4温度为70~75℃,物料体积为105~110L,超过该体积,出料。

[0050] 经检测,产物中乙二醇含量为0.11%,E0水解率为0.69%,羟乙基磺酸钠收率为99.31%。

[0051] 实施例2

[0052] 将质量浓度为40%的亚硫酸氢钠水溶液以59.09kg/h的流速进入釜1,同时通入E0,E0流速与釜1中pH进行连锁,控制釜内pH为5.5~6.0,E0流速控制范围为7kg/h~8.5kg/h,控制釜1温度为30~35℃,物料体积为142~147L,超过该体积,出料至釜2,同时通入E0,E0流速与釜2中pH进行连锁,控制釜内pH为6.0~6.5,E0流速控制范围为0.5kg/h~2kg/h,控制釜2温度为40~45℃,物料体积为70~75L,超过该体积,出料至釜3,同时通入E0,E0流速与釜3中pH进行连锁,控制釜内pH为6.5~7.0,E0流速控制范围为0.5kg/h~1kg/h,控制釜3温度为50~55℃,物料体积为70~75L,超过该体积,出料至釜4,同时通入E0,E0流速控制为0.5kg/h~1kg/h,通入SO<sub>2</sub>,并与釜4中pH进行连锁,制釜内pH为7.0~8.0,控制釜4温度为60~65℃,物料体积为75~80L,超过该体积,出料。

[0053] 经检测,产物中乙二醇含量为0.095%,E0水解率为0.46%,羟乙基磺酸钠收率为99.54%。

[0054] 实施例3

[0055] 将质量浓度为20%的亚硫酸氢钠水溶液以118.18kg/h的流速进入釜1,同时通入E0,E0流速与釜1中pH进行连锁,控制釜内pH为5.5~6.0,E0流速控制范围为7kg/h~8.5kg/h,控制釜1温度为30~35℃,物料体积为310~315L,超过该体积,出料至釜2,同时通入E0,E0流速与釜2中pH进行连锁,控制釜内pH为6.0~6.5,E0流速控制范围为0.5kg/h~2kg/h,控制釜2温度为40~45℃,物料体积为155~160L,超过该体积,出料至釜3,同时通入E0,E0流速与釜3中pH进行连锁,控制釜内pH为6.5~7.0,E0流速控制范围为0.5kg/h~1kg/h,控制釜3温度为50~55℃,物料体积为155~160L,超过该体积,出料至釜4,同时通入E0,E0流

速控制为0.5kg/h~1kg/h,通入SO<sub>2</sub>,并与釜4中pH进行连锁,制釜内pH为7.0~8.0,控制釜4温度为60~65℃,物料体积为160~165L,超过该体积,出料。

[0056] 经检测,产物中乙二醇含量为0.06%,E0水解率为0.54%,羟乙基磺酸钠收率为99.46%。

[0057] 实施例4

[0058] 将质量浓度为30%的亚硫酸氢钠水溶液以78.78kg/h的流速进入釜1,同时通入E0,E0流速与釜1中pH进行连锁,控制釜内pH为5.5~6.0,E0流速控制范围为7kg/h~8.5kg/h,控制釜1温度为25~30℃,物料体积为195~205L,超过该体积,出料至釜2,同时通入E0,E0流速与釜2中pH进行连锁,控制釜内pH为6.0~6.5,E0流速控制范围为0.5kg/h~2kg/h,控制釜2温度为35~40℃,物料体积为100~105L,超过该体积,出料至釜3,同时通入E0,E0流速与釜3中pH进行连锁,控制釜内pH为6.5~7.0,E0流速控制范围为0.5kg/h~1kg/h,控制釜3温度为45~50℃,物料体积为100~105L,超过该体积,出料至釜4,同时通入E0,E0流速控制为0.5kg/h~1kg/h,通入SO<sub>2</sub>,并与釜4中pH进行连锁,控制釜内pH为7.0~8.0,控制釜4温度为55~60℃,物料体积为105~110L,超过该体积,出料。

[0059] 经检测,产物中乙二醇含量为0.077%,E0水解率为0.48%,羟乙基磺酸钠收率为99.52%。

[0060] 实施例5

[0061] 将质量浓度为30%的亚硫酸氢钠水溶液以78.78kg/h的流速进入反应釜1,同时通入E0,E0流速与釜1中pH进行连锁,第一阶段控制釜1内pH为5.5~6.0,E0流速控制范围为7kg/h~8.5kg/h,控制釜1温度为30~35℃,物料体积为195~205L,超过该体积,出料至釜2,同时通入E0,E0流速与釜2中pH进行连锁,控制釜内pH为6.0~6.5,E0流速控制范围为0.5kg/h~2kg/h,控制釜2温度为40~45℃,物料体积为100~105L,超过该体积,出料至釜3,同时通入E0,E0流速控制为0.5kg/h~1kg/h,并与釜3中pH进行连锁,控制釜内pH为6.5~7.0,控制釜3温度为50~55℃,物料体积为100~105L,超过该体积,出料至釜4,同时通入E0,E0流速控制为0.2kg/h~0.5kg/h,通入SO<sub>2</sub>,并与釜4中pH进行连锁,控制釜内pH为7.0~7.5,控制釜4温度为60~65℃,物料体积为60~70L,超过该体积,出料至釜5,同时通入E0,E0流速控制为0.2kg/h~0.5kg/h,通入SO<sub>2</sub>,并与釜5中pH进行连锁,控制釜内pH为7.5~8.0,控制釜5温度为65~70℃,物料体积为60~70L,超过该体积,出料。

[0062] 经检测,产物中乙二醇含量为0.078%,E0水解率为0.49%,羟乙基磺酸钠收率为99.51%。



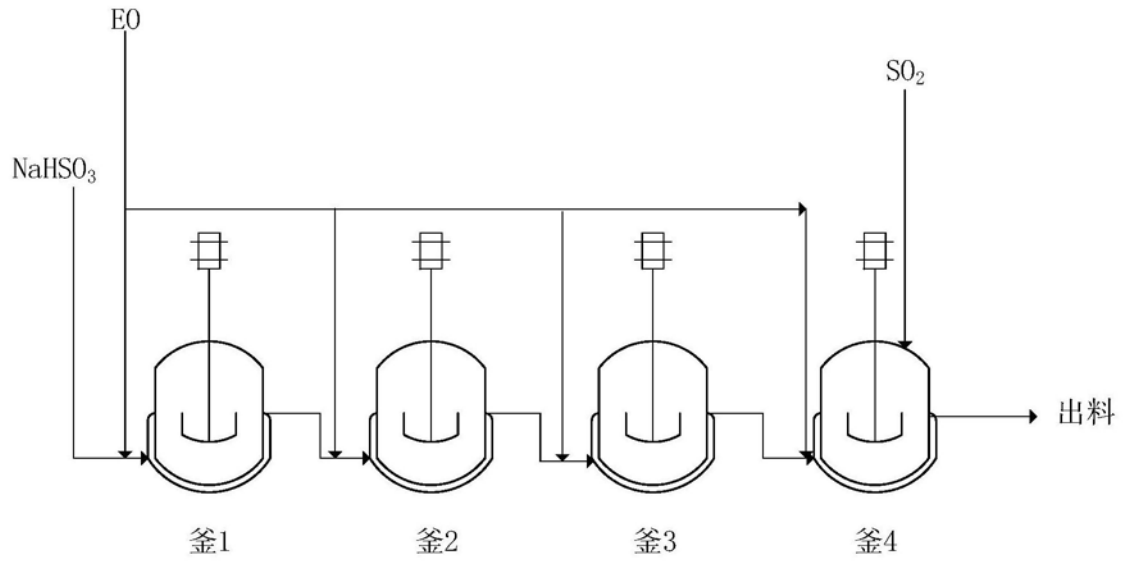


图1