粗粒盐酸土霉素生产中正丁醇的回收利用

★ 李小兵 钟运斌 (江西国药有限责任公司 南昌 330002)
★ 龚红梅 (江西制药有限责任公司 南昌 330002)

关键词:粗粒盐酸土霉素;正丁醇;回收利用
中图分类号:TQ 460.6 **文献标识码**:A

粗粒盐酸土霉素是国药有限责任公司2000年开发的盐酸土霉素新品种,正丁醇是该品种生产的主要原料之一,用量很大,直接影响产品的生产成本。

为减少正丁醇单耗,必须想办法回收正丁醇再利用。为此,我们采用了双塔回收正丁醇并通过各项指标对比,评价该回收方法在生产中的实际效果和安全性。

1 粗粒盐酸土霉素生产工艺

1.1 工艺原理 土霉素碱在适当酸性的盐酸正丁醇溶液中溶解度大,在一定温度下经搅拌后能够成盐,析出颗粒度大且颗粒均匀的盐酸土霉素,经过滤、干燥后得到成品粗粒盐酸土霉素。

1.2 化学反应过程 盐酸土霉素的生成:$C_{22}H_{24}N_2O_9 + HCl \rightarrow C_{22}H_{24}N_2O_9 \cdot HCl$

备注:在该生产工艺中采用离心机甩滤,将固、液相分离,分离出的液体称为母液。母液的主要成份为正丁醇,另外还含有小于10%的水、少量的盐酸、盐酸土霉素。生产中使用的正丁醇经离心机甩滤后90%以上均存在于母液中。

1.3 粗粒盐酸土霉素生产中使用正丁醇的质量标准 正丁醇:规格为工业用,外观为无色透明液体,水分≤3.0%,馏程(馏出量)≥90.0%(80~115 ℃)。

2 正丁醇回收方法

采用双塔回收

2.1 工艺原理[1~3] 利用正丁醇与水形成共沸混合物(其沸点低于水及正丁醇的沸点)将水带走后蒸馏得到正丁醇,同时,将共背景混合物静置分层(正丁醇比重小于水,微溶于水),排去水后将含微量水的正丁醇蒸馏,得到正丁醇,逐步将水除去。

2.2 回收丁醇设备流程图[4,5] 详见图1。

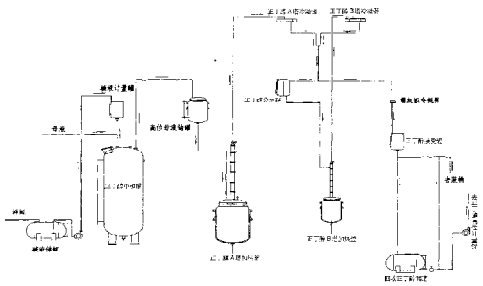

图1 回收丁醇设备流程图

2.3 回收工艺 先将母液输入中和静置罐中,用碱液将pH调至6~7,用空压翻动均匀,静置后将上层清液输入母液贮罐后放入蒸馏釜中分馏,将比重>0.815(20 ℃)的回收液放入高位分水罐中,比重≤0.815(20 ℃)的回收液放入正丁醇桶中检测水分。正丁醇基本蒸干后,用分液罐中下层液体冲洗蒸馏釜并分馏至蒸馏温度达(99±1)℃时将余液排空。

再将高位分水罐中上层液体放入另一只蒸馏釜中蒸馏,将比重>0.815(20 ℃)的回收液放入高位分水罐中,比重≤0.815(20 ℃)的放入正丁醇桶中检测水分。正丁醇基本蒸干后,用分液罐中下层液体冲洗蒸馏釜并分馏至蒸馏温度达(99±1)℃时将余液排空。

最后用适量饮用水冲洗中和静置罐中下层液体,静置后将上清液进蒸馏釜回收,下层液排空。

3 回收情况观察及回收正丁醇用于生产情况跟踪

3.1 连续回收的3批母液所得回收丁醇情况 见表1。

表1 连续回收3批母液所得回收正丁醇情况

批次	类别			
	母液用量	生产中得到该批母液正丁醇实际用量	回收所得合格正丁醇量	正丁醇回收利用率
第一批	2000L	2100L	1450L	69.0%
第二批	2000L	2100L	1520L	72.4%
第三批	2000L	2100L	1490L	71.0%

3.2 回收正丁醇用于生产情况跟踪 自2000年使用该方法回收正丁醇并用于生产至今,所生产的1 000多批次的粗粒盐酸土霉素均合格,未发现有不良影响,且正丁醇单耗下降了70%左右,大大降低了成本。

4 讨论

笔者曾与相关人员试验对母液不处理,直接采用单塔回收,结果对设备材质要求较高,且回收效果差;而使用双塔回收并对母液进行处理,则除中和静置罐要求防腐外,其余均没有很高的要求,且避免了结焦堵塞管道的情况,回收液也便于监控,如果回收正丁醇水分偏高,则还可以再蒸馏,并且不会影响已合格回收的正丁醇。该方法简单,易操作,各控制点易掌握,且回收效果较理想,在生产中使用该回收正丁醇也未发现对质量有什么不良影响,故该回收方法安全、有效。

参考文献

[1]王箴.化工辞典[M].第4版.北京:化工工业出版社,2000
[2]程能林.溶剂手册[M].第3版.北京:化工工业出版社,2000
[3]孔垂华,徐效华.有机物的分离和结构鉴定[M].化学工业出版社,2003
[4]蔡尔辅,除树辉.化工厂系统设计[M].化学工业出版社,2004
[5]中国石化集团上海工程有限公司.化工工艺设计手册(上册)[M].化学工业出版社,2003

(收稿日期:2005-03-10)

江西中医学院学报 Journal of Jiangxi University of Traditional Chinese Medicine
http://www.ajutcm.com