**2018年湖北省科技奖提名公示**

**一、项目名称：**

提高甲硝唑等产品原料环氧乙烷和硝酸利用率的工艺

**二、完成单位及推荐意见**：

**1.完成单位：**黄冈师范学院

**2.推荐意见：**

由黄冈师范学院与黄冈银河阿迪药业有限公司合作完成的“提高甲硝唑等产品原料环氧乙烷和硝酸利用率的工艺”项目，将高峰期超过设备处理能力的尾气，微压变容收集暂存错峰处理；将冷凝回流改为冷反应液循环吸收；将现行液面滴加硝酸和液面吹进空气改为利用搅拌力使硝酸和空气雾化后，自吸进入反应釜底。上述措施，提高了环氧乙烷、硝酸、氨和乙醛等低沸点易溶原料的利用率，减少了副产物和尾气排放。该技术查新结果：本查新范围内国内外公开发表文献中，未见与本项目研究内容相同的文献报道。上述成果取得授权发明专利2项，授权实用新型专利5项，还有多项专利在申请中，培养研究生1名。

该项目成果丰硕且具创新性、实用性，已得到推广应用并取得了良好社会、经济效益。经研究，同意推荐该成果申报“湖北省科技进步叁等奖”。

**三、内容介绍：**项目所属科学技术领域、主要内容、特点及应用推广情况等

1.项目所属学科技术领域：本项目属于有机化工领域，涉及到提高甲硝唑等产品低沸点易溶原料环氧乙烷和硝酸等利用率的工艺。

2.项目主要内容

将高峰期超过设备处理能力的尾气，微压变容收集暂存错峰处理；将冷凝回流改为冷反应液循环吸收；将现行工艺液面滴加硝酸和液面吹进空气改为利用搅拌力使硝酸和空气雾化后，自吸进入反应釜底。上述措施，提高了环氧乙烷、硝酸、氨和乙醛等低沸点易溶原料的利用率，减少了副产物和尾气排放。该技术查新结果：本查新范围内国内外公开发表文献中，未见与本项目研究内容相同的文献报道。上述成果取得授权发明专利2项，授权实用新型专利5项，还有多项专利在申请中，培养研究生1名。

3.项目特点

1个装置创新：1）一种废气微压收集变容缓冲错峰处理装置及其制作方法。

2个方法创新：2）将冷凝回流改为冷反应液循环吸收；

3）通过改变加料位和加料方式，使产率提高，副产物减少。

4.应用推广情况

本项目技术在黄冈银河阿迪药业有限公司应用，获得生产原料降耗效益为：环氧乙烷780万元/年、硝酸71万元/年、氨水80万元/年,合计降耗效益为780+71+80=931万元/年，累计经济效益2800多万元。达到减排环氧乙烷600吨/年、硝酸375吨/年、氨水1120吨/年，环保效果显著。 升级了因环保压力面临淘汰的年产值约20亿元的黄冈地方传统医药化工产业，使其驶入健康发展轨道。该技术可在甲硝唑、乙醛酸生产厂家推广应用，还可推广到用沸点易溶原料合成的产品化工企业。

1. **客观评价：**

本项目获得多项国家专利授权：

一种提高甲硝唑生产原料环氧乙烷利用率的工艺及设备，发明专利号： CN103342681B；

一种废气微压贮存吸收装置,实用新型专利号：CN204412020U；

常压氧化氮催化空气氧化乙二醛制备乙醛酸的方法及生产设备，发明专利号：CN104649884B；冷釜液吸收尾气常压空气氧化法制备乙醛酸装置，实用新型专利号：CN203700236U；

氧气氧化法制备乙醛酸的气液双循环反应装置，实用新型专利号：CN203525676U。

本查新项目《提高甲硝唑等产品原料环氧乙烷和硝酸利用率的工艺》，将现行的单釜反应改为多釜串连：在羟化反应釜上部再增加两台同样的反应釜，使三台釜在设备高程上按照上、中、下串联安装。液相物料自上而下、在高位差的作用下，通过管道由预溶釜自流到预反应釜，再自流到合成反应釜；气相物料则自下而上、在三台釜内的压力差作用下，通过管道由合成反应釜流向预反应釜、再流向预溶釜。将现行工艺的尾气冷却回流改为微压收集贮存吸收，将预溶釜逸出的尾气微压贮存，同时用甲酸、硫酸和硝化物配成的原料液常温吸收，提高环氧乙烷利用率。

经查新检索，除本项目研究成果外[1~7]，目前尚未有文献述及采用“增设尾气微压变容收集暂存错峰处理”，“将尾气冷却回流改为微压贮存吸收”，“利用搅拌力使硝酸和空气雾化后吸入反应釜”等工业装置用于甲硝唑的制备。

命中文献中，文献[8~10][12~14]为甲硝唑制备方法的不同发明，侧重点各不相同。其中文献[8]通过替代甲酸的方法实现硝化物回收；文献[9]则强调中和母液的再利用；文献[10]对制备流程进行控制提高甲硝唑的收率；文献[12]通过添加酰胺溶液至甲硝唑工业废渣中回收甲硝唑；文献[13~14]中改变反应原料制备甲硝唑；上述专利中均未述及具体工业生产过程及相关反应装置的，而于本项目是基于反应装置和工艺的研究。

此外，文献[11]涉及一种甲硝唑羟化反应装置的发明，与本项目研究内容相似，但该专利中的装置包括釜体、夹套、搅拌、上进料口、下出料口和环氧乙烷加料管，有别于本项目中的釜体、设置在釜体上的环氧乙烷通入管和环形分配管，且该专利中未见尾气微压贮存的叙述。

综上所述，本查新范围内国内外公开发表文献中，未见与本项目研究内容相同的文献报道。

特此证明。

**五、推广应用情况：**

“提高甲硝唑等产品原料环氧乙烷和硝酸利用率的工艺”项目在黄冈银河阿迪药业有限公司应用，取得良好效果。经验收，4种产品的原料降耗均超过合同规定的指标：

1）生产1吨甲硝唑，环氧乙烷消耗量由现行工艺1.3吨降到1.0吨；

2）生产1吨硝化物，硝酸消耗量由现行工艺1.16吨降到1.01吨；

3) 生产1吨乙醛酸，硝酸消耗量由现行工艺0.38吨降到0.25吨；

4）生产1吨2-甲基咪唑，氨水消耗量由现行工艺2.5０吨降到2.10吨。

我公司年产甲硝唑2000吨，环氧乙烷1.3万元/吨，年经济效益为2000（1.3-1.0）1.3=780万元。

我公司年产2-甲基-5-硝基咪唑2500吨，硝酸0.19万元/吨，年经济效益为2500（1.16-1.01）0.19=71万元。

我公司年产2-甲基咪唑2８00吨，氨水７２０元/吨，年经济效益为2８00（２.５-２.１）０.０７２=80万元。

达到减排环氧乙烷600吨/年、硝酸375吨/年、氨水1120吨/年。升级了因环保压力面临淘汰的年产值约20亿元的黄冈地方传统医药化工产业，使其驶入健康发展轨道。该技术可在甲硝唑、乙醛酸生产厂家推广应用，还可推广到用沸点易溶原料合成产品的化工企业。

**六、主要知识产权证明目录**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 知识产  权类别 | 知识产权具体名称 | 国家  （地区） | 授权号 | 授权  日期 | 证书编号 |
| 1 | 专利 | 一种提高甲硝唑生产原料环氧乙烷利用率的工艺及设备 | 中国 | CN 103342681B | **2015.05.20** | **1668994** |
| 2 | 专利 | 一种废气微压贮存吸收装置 | 中国 | **CN 204412020U** | **2015.06.24** | **4386448** |
| 3 | 专利 | 常压氧化氮催化空气氧化乙二醛制备乙醛 酸的方法及生产设备 | 中国 | **CN 104649884B** | **2017.03.22** | **2423364** |
| 4 | 专利 | 硝酸空气氧化法制备乙醛酸的釜液循环装置 | 中国 | **CN203425825U** | **2014.02.12** | **3409086** |
| 5 | 专利 | 硝酸空气氧化法制备乙醛酸的气流循环反应装置 | 中国 | **CN203425801U** | **2014.02.12** | **3408269** |
| 6 | 专利 | 甲硝唑羟化反应釜环氧乙烷通入装置 | 中国 | **CN201783324U** | **2011.04.06** | **1746643** |
| 7 | 专利 | 甲硝唑羟化反应釜 | 中国 | **CN201711151U** | **2011.01.19** | **1670448** |

**七、主要完成人情况：**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 姓名 | 排序 | 行政职务 | 技术职称 | 工作单位 | 完成单位 | 对本项目技术创造性贡献 |
| 曾舟华 | 1 | 无 | 教授 | 黄冈师范学院 | 黄冈师范学院 | 研究方案制订，组织实验研究，实施成果应用与推广，完成研究总结，申报5项专利，组织成果报奖等工作。 |
| 黄林勇 | 2 | 无 | 高级工程师 | 黄冈师范学院 | 黄冈师范学院 | 本项目的主要实验研究人员，还参与本项目的文献检索和资料收集工作。是第1创新点专利的第3发明人。 |
| 陈文 | 3 | 系主任 | 副教授 | 黄冈师范学院 | 黄冈师范学院 | 参与本项目实验的分析、测试工作，是本项目的主要实施人，是2创新点专利的第4发明人。 |
| 王海南 | 4 | 无 | 副教授 | 黄冈师范学院 | 黄冈师范学院 | 参与本项的实验研究工作，是本项目的主要实施人; 是2创新点专利的第5发明人。。 |

**八、主要完成单位及创新推广贡献**

本项目是黄冈师范学院的工作人员为主体研发的科技成果，具体工作主要有：

1.主持提高甲硝唑等产品原料环氧乙烷和硝酸利用率的工艺开发工作；

2.落实年度计划，检查项目进度；

3.精心组织科技人员联合攻关，为项目组提供强有力的人力资源；

4.为项目组提供必要的场所和设备等研究工作条件；

5.积极组织成果转化和推广应用等工作；

6.督促项目组按计划完成任务，项目总结，组织成果登记和申请成果奖励。

本项目是以黄冈银河阿迪药业有限公司为主要协助单位完成的。其具体工作主要有：

1.积极为课题研究提供场地、部分试剂、仪器和设备；

2.积极协助和组织成果转化和应用工作；

3.参与申请成果奖励。

**九、完成人合作关系说明**

本项目由黄冈师范学院、黄冈银河阿迪药业有限公司共同完成的。本项目完成人曾舟华/1、黄林勇/2、陈文/3和王海南/4都是黄冈师范学院老师，都是本项目组成员。