



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104004033 B

(45)授权公告日 2016.08.10

(21)申请号 201310251687.1

CN 101781340 A, 2010.07.21,

(22)申请日 2013.06.21

刘志伟.蔗糖酯粗品的纯化工艺研究.《武汉工业学院学报》.1999,(第3期),第11-14页.

(73)专利权人 浙江迪耳化工有限公司

付晶晶等.蔗糖酯分离提纯研究进展.《食品研究与开发》.2008,第29卷(第12期),第157-160页.

地址 321016 浙江省金华市李渔路1958号

(72)发明人 姜国平

审查员 郭军霞

(74)专利代理机构 杭州天正专利事务所有限公司 33201

代理人 黄美娟 俞慧

(51)Int.Cl.

C07H 13/06(2006.01)

C07H 1/06(2006.01)

(56)对比文件

CN 103087118 A, 2013.05.08,

US 3748324 , 1973.07.24,

EP 0448996 A1, 1991.03.06,

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种蔗糖脂肪酸酯的提纯分离方法

(57)摘要

本发明公开了一种蔗糖脂肪酸酯的提纯分离方法,包括如下步骤:a、将蔗糖脂肪酸酯粗品溶解分散于有机溶剂A中,经过滤回收蔗糖后得到蔗糖脂肪酸酯粗品溶液;b、蔗糖脂肪酸酯粗品溶液在25-80℃搅拌下加入碱土金属盐进行复分解反应,然后在5-80℃下进行固液分离得到滤液A和固体B;c、滤液A经水洗、蒸馏回收溶剂、干燥得蔗糖脂肪酸酯产品A;d、固体B再加有机溶剂B于50-80℃萃取,萃取液经水洗、蒸馏回收溶剂、干燥即得蔗糖脂肪酸酯产品B。本发明具有工艺过程简便、有机溶剂使用量少、副反应少、产品含量和回收率高,并同时完成蔗糖单双酯分离而得到不同蔗糖单酯含量的产品,而且蔗糖酯粗品中的蔗糖可回收套用并且三废量少且易处理等优点。

1. 一种蔗糖脂肪酸酯的提纯分离方法,包括如下步骤:

a、将蔗糖脂肪酸酯粗品溶解分散于有机溶剂A中,经过滤回收蔗糖后得到蔗糖脂肪酸酯粗品溶液;所述的蔗糖脂肪酸酯粗品中主要含有蔗糖脂肪酸酯、蔗糖以及脂肪酸钾盐或钠盐;所述的有机溶剂A选自下列一种或任意几种的组合:乙酸乙酯、丁酮、正丁醇;

b、蔗糖脂肪酸酯粗品溶液在25-80℃搅拌下加入碱土金属盐进行复分解反应,然后在5-80℃下进行固液分离得到滤液A和固体B;所述的碱土金属盐选自下列一种或任意几种的组合:硫酸镁、氯化钙、氯化钡;

c、滤液A经水洗、蒸馏回收溶剂、干燥得蔗糖脂肪酸酯产品A;

d、固体B再加有机溶剂B于50-80℃萃取,萃取液经水洗、蒸馏回收溶剂、干燥即得蔗糖脂肪酸酯产品B;所述的有机溶剂B选自下列一种或任意几种的组合:乙酸乙酯、丁酮、正丁醇。

2. 根据权利要求1所述的蔗糖脂肪酸酯的提纯分离方法,其特征在于:所述步骤a中,有机溶剂A的体积用量以蔗糖脂肪酸酯粗品的质量计为2~5mL/g。

3. 根据权利要求1或2所述的蔗糖脂肪酸酯的提纯分离方法,其特征在于:所述碱土金属盐的用量为与蔗糖脂肪酸酯粗品中的脂肪酸盐完全反应所需量的1-1.05倍。

4. 根据权利要求1或2所述的蔗糖脂肪酸酯的提纯分离方法,其特征在于:复分解反应时间为10~100分钟。

5. 根据权利要求4所述的蔗糖脂肪酸酯的提纯分离方法,其特征在于:步骤(b)中,所述的固液分离在30-65℃下进行。

6. 根据权利要求1所述的蔗糖脂肪酸酯的提纯分离方法,其特征在于:所述步骤d中,有机溶剂B的体积用量以蔗糖酯粗品的质量计为2~5mL/g。

7. 根据权利要求1所述的蔗糖脂肪酸酯的提纯分离方法,其特征在于所述提纯分离方法按照如下步骤进行:

a、将蔗糖脂肪酸酯粗品溶解分散于有机溶剂A中,经过滤回收蔗糖后得到蔗糖脂肪酸酯粗品溶液;所述的蔗糖脂肪酸酯粗品中主要含有蔗糖脂肪酸酯、蔗糖和脂肪酸盐;所述的有机溶剂A选自下列一种或任意几种的组合:乙酸乙酯、丁酮、正丁醇;有机溶剂A的体积用量以蔗糖脂肪酸酯粗品的质量计为2~5mL/g;

b、蔗糖脂肪酸酯粗品溶液在25-80℃搅拌下加入碱土金属盐进行复分解反应,所述碱土金属盐的用量为与蔗糖脂肪酸酯粗品中的脂肪酸盐完全反应所需量的1-1.05倍,复分解反应时间为10~100分钟;然后在30-65℃下进行固液分离得到滤液A和固体B;

c、滤液A经水洗、蒸馏回收溶剂、干燥得蔗糖脂肪酸酯产品A;

d、固体B再加有机溶剂B于50-80℃萃取,萃取液经水洗、蒸馏回收溶剂、干燥即得蔗糖脂肪酸酯产品B;所述的有机溶剂B选自下列一种或任意几种的组合:乙酸乙酯、丁酮、正丁醇,有机溶剂B的体积用量以蔗糖酯粗品的质量计为2~5mL/g。

一种蔗糖脂肪酸酯的提纯分离方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种蔗糖脂肪酸酯的提纯分离方法。

背景技术

[0002] 目前工业化生产蔗糖脂肪酸酯(以下简称蔗糖酯)的方法均采用酯交换法,而酯交换法合成蔗糖酯又分为溶剂法和无溶剂法,但这两种方法所得蔗糖酯粗品中均含有不同含量的蔗糖单酯、蔗糖双酯、蔗糖多酯以及未反应的蔗糖、脂肪酸甲(或乙)酯及脂肪酸钾(或钠)等杂质,为获得高蔗糖酯含量的产品,必须对蔗糖酯粗品进行除杂提纯;又由于合成工艺的局限性通常只能合成20-55%的蔗糖单酯含量的产品,而要获得更高或更低蔗糖单酯含量的产品就必须对蔗糖酯进行蔗糖单、双酯的分离。现有技术为石束哲男等在日本专利(特许公报昭51-14487)中阐述了一种蔗糖脂肪酸酯的提纯分离方法,这种方法是将100重量份蔗糖酯粗品溶解在1000重量份丁酮中,然后滴加酸使脂肪酸皂转化为脂肪酸,于60℃下加入10重量份氯化钠以产生沉淀,分离沉淀A和滤液B;再将沉淀A以100重量份丁酮和100重量份水溶解,分去水层并水洗,丁酮层经蒸馏、干燥得高蔗糖单酯含量的蔗糖酯A;另在滤液B中加入10重量份氯化钠,并冷却至5℃以产生沉淀,分离出沉淀,然后将此沉淀按沉淀A同样处理得低蔗糖单酯含量的蔗糖酯B;该方法在完成蔗糖酯提纯的同时又完成了蔗糖单、双酯的分离。但该方法存在以下问题:a.工艺过程复杂不利工业化生产;b.酸化时由于蔗糖酯本身在酸性和碱性条件下均易水解而分解,温度较高时水解尤为严重,从而造成产品回收率低;c.溶剂使用量大;d.蔗糖酯粗品中的蔗糖不能回收套用,这一方面提高了成本另一方面使废水中的COD大幅提高;e.由于加了大量氯化钠并产生大量高含盐废水,这也造成了环保压力。

发明内容

[0003] 本发明所要解决的技术问题是能克服上述现有技术存在的缺陷,提供一种蔗糖脂肪酸酯的提纯分离方法,它具有工艺过程简便利于工业化生产、且副反应少、产品含量和回收率高,并能同时完成提纯和蔗糖单双酯分离而得到不同蔗糖单酯含量的产品,而且蔗糖酯粗品中的蔗糖可回收套用并且三废量少且易处理等优点。

[0004] 为解决上述技术问题,本发明采用如下技术方案:

[0005] 一种蔗糖脂肪酸酯的提纯分离方法,包括如下步骤:

[0006] a、将蔗糖酯粗品溶解分散于有机溶剂A中,经过滤回收蔗糖后得到蔗糖酯粗品溶液;所述的蔗糖酯粗品中主要含有蔗糖酯、蔗糖以及脂肪酸钾盐或钠盐;所述的有机溶剂A选自下列一种或任意几种的组合:乙酸乙酯、丁酮、正丁醇;

[0007] b、蔗糖酯粗品溶液在25-80℃搅拌下加入碱土金属盐进行复分解反应,然后在5-80℃下进行固液分离得到滤液A和固体B;

[0008] c、滤液A经水洗、蒸馏回收溶剂、干燥得蔗糖酯产品A;

[0009] d、固体B再加有机溶剂B于50-80℃萃取,萃取液经水洗、蒸馏回收溶剂、干燥即得

蔗糖酯产品B;所述的有机溶剂B选自下列一种或任意几种的组合:乙酸乙酯、丁酮、正丁醇。

[0010] 本发明中,所使用的蔗糖酯粗品可以是来源于水溶剂法或无溶剂法合成的蔗糖酯粗品,尤其适合于脂肪酸盐(脂肪酸钾或钠)含量较高的蔗糖酯粗品。

[0011] 所述步骤a中,有机溶剂A的体积用量以蔗糖酯粗品的质量计为2~5mL/g。

[0012] 所述步骤b中,往蔗糖酯粗品溶液中加入碱土金属盐,其与溶液中的脂肪酸盐(脂肪酸钾或钠)进行复分解反应生成不溶性的脂肪酸碱土金属盐和另一种碱金属盐(钾或钠盐),它们与蔗糖酯形成共沉淀物,而蔗糖单酯比蔗糖双酯更易形成共沉淀物,所以蔗糖单酯就在共沉淀物中得到富集而达到分离蔗糖单酯和蔗糖双酯的目的。进一步,所述的碱土金属盐可选自下列一种或任意几种的组合:硫酸镁、氯化钙、氯化钡,所述碱土金属盐的用量为与蔗糖酯粗品中脂肪酸盐完全反应所需量的1-1.05倍。复分解反应时间优选为10~100分钟。所述的固液分离优选在30-65℃下进行。

[0013] 所述步骤d中,有机溶剂B的体积用量以蔗糖酯粗品的质量计为2~5mL/g。

[0014] 本发明具体推荐所述的蔗糖脂肪酸酯的提纯分离方法按照如下步骤进行:

[0015] a、将蔗糖脂肪酸酯粗品溶解分散于有机溶剂A中,经过滤回收蔗糖后得到蔗糖脂肪酸酯粗品溶液;所述的蔗糖脂肪酸酯粗品中主要含有蔗糖脂肪酸酯、蔗糖和脂肪酸盐;所述的有机溶剂A选自下列一种或任意几种的组合:乙酸乙酯、丁酮、正丁醇;有机溶剂A的体积用量以蔗糖脂肪酸酯粗品的质量计为2~5mL/g;

[0016] b、蔗糖脂肪酸酯粗品溶液在25-80℃搅拌下加入碱土金属盐进行复分解反应,所述的碱土金属盐选自下列一种或任意几种的组合:硫酸镁、氯化钙、氯化钡,碱土金属盐的用量为与蔗糖脂肪酸酯粗品中的脂肪酸盐完全反应所需量的1-1.05倍,复分解反应时间为10~100分钟;然后在30-65℃下进行固液分离得到滤液A和固体B;

[0017] c、滤液A经水洗、蒸馏回收溶剂、干燥得蔗糖脂肪酸酯产品A;

[0018] d、固体B再加有机溶剂B于50-80℃萃取,萃取液经水洗、蒸馏回收溶剂、干燥即得蔗糖脂肪酸酯产品B;所述的有机溶剂B选自下列一种或任意几种的组合:乙酸乙酯、丁酮、正丁醇,有机溶剂B的体积用量以蔗糖酯粗品的质量计为2~5mL/g。

[0019] 本发明与现有技术相比,具有工艺过程简便、有机溶剂使用量少、副反应少、产品含量和回收率高,并同时完成蔗糖单双酯分离而得到不同蔗糖单酯含量的产品,而且蔗糖酯粗品中的蔗糖可回收套用并且三废量少且易处理等优点。

具体实施方式

[0020] 下面结合实施例对本发明做进一步的阐述,以下实施例是对本发明的详细解释而本发明并不仅仅局限于以下实施例。

[0021] 本发明实施例中蔗糖酯粗品各成分的含量百分比为质量百分比。

[0022] 实施例一:

[0023] 将研碎的蔗糖酯粗品(无溶剂法合成,成分:蔗糖酯47.1%,硬脂酸钾25.9%,蔗糖24.8%,其它2.2%)100g装入500mL三颈烧瓶中,加入250mL乙酸乙酯,搅拌升温至70℃,保温溶解30分钟后滤除未溶解的蔗糖;然后于60℃搅拌下往滤液中加入15g硫酸镁水溶液(含硫酸镁5.0g),保温反应1小时,过滤分离得到滤液A和固体B;滤液A以水洗(60mLx3),上层有机层蒸馏回收乙酸乙酯后,真空干燥即得蔗糖酯A18.5g(蔗糖酯含量94.2%,其中蔗糖单酯含

量28.5%);固体B中加入300mL乙酸乙酯于60℃进行萃取,萃取液以水洗(80mLx3),上层有机层蒸馏回收乙酸乙酯后,真空干燥即得蔗糖酯B27.8g(蔗糖酯含量96.1%,其中蔗糖单酯含量58.2%)。

[0024] 实施例二:

[0025] 将研碎的蔗糖酯粗品(无溶剂法合成,成分:蔗糖酯52.9%,硬脂酸钠21.0%,蔗糖23.3%,其它2.8%)100g装入500mL三颈烧瓶中,加入260mL丁酮,搅拌升温至70℃,保温溶解30分钟后滤除未溶解的蔗糖;然后于55℃搅拌下往滤液中加入10g氯化钙水溶液(氯化钙4.0g),保温反应1小时,过滤分离得到滤液A和固体B;滤液A以水洗(60mLx3),上层有机层蒸馏回收丁酮后,真空干燥即得蔗糖酯A19.6g(蔗糖酯含量93.8%,其中蔗糖单酯含量18.8%);固体B中加入300mL丁酮于70℃进行萃取,萃取液以水洗(80mLx3),上层有机层蒸馏回收丁酮后,真空干燥即得蔗糖酯B32.7g(蔗糖酯含量96.5%,其中蔗糖单酯含量55.3%)。

[0026] 实施例三:

[0027] 将研碎的蔗糖酯粗品(水溶剂法合成,成分:蔗糖酯49.8%,硬脂酸钾20.1%,蔗糖27.5%,其它2.6%)100g装入500mL三颈烧瓶中,加入250mL正丁醇,搅拌升温至70℃,保温溶解30分钟后滤除未溶解的蔗糖;然后于50℃搅拌下往滤液中加入28g氯化钡水溶液(氯化钡6.7g),保温反应1小时,过滤分离得到滤液A和固体B;滤液A以水洗(80mLx3),上层有机层蒸馏回收正丁醇后,真空干燥即得蔗糖酯A19.1g(蔗糖酯含量95.3%,其中蔗糖单酯含量21.5%);固体B中加入320mL正丁醇于75℃进行萃取,萃取液以水洗(100mLx3),上层有机层蒸馏回收正丁醇后,真空干燥即得蔗糖酯B29.4g(蔗糖酯含量96.4%,其中蔗糖单酯含量72.4%)。

[0028] 实施例四:

[0029] 将研碎的蔗糖酯粗品(水溶剂法合成,成分:蔗糖酯48.6%,棕榈酸钾20.4%,蔗糖28.9%,其它2.1%)100g装入500mL三颈烧瓶中,加入250mL乙酸乙酯,搅拌升温至70℃,保温溶解30分钟后滤除未溶解的蔗糖;然后于52℃搅拌下往滤液中加入9.5g氯化钙水溶液(氯化钙3.8g),保温反应1小时,过滤分离得到滤液A和固体B;滤液A以水洗(60mLx3),上层有机层蒸馏回收乙酸乙酯后,真空干燥即得蔗糖酯A17.8g(蔗糖酯含量94.6%,其中蔗糖单酯含量17.8%);固体B中加入350mL乙酸乙酯于70℃进行萃取,萃取液以水洗(80mLx3),上层有机层蒸馏回收乙酸乙酯后,真空干燥即得蔗糖酯B29.8g(蔗糖酯含量96.8%,其中蔗糖单酯含量75.2%)。

[0030] 实施例五:

[0031] 将研碎的蔗糖酯粗品(无溶剂法合成,成分:蔗糖酯62.9%,硬脂酸钾16.0%,蔗糖18.5%,其它2.6%)100g装入500mL三颈烧瓶中,加入250mL丁酮,搅拌升温至70℃,保温溶解30分钟后滤除未溶解的蔗糖;然后于45℃搅拌下往滤液中加入9.3g硫酸镁水溶液(硫酸镁3.1g),保温反应1小时,过滤分离得到滤液A和固体B;滤液A以水洗(60mLx3),上层有机层蒸馏回收丁酮后,真空干燥即得蔗糖酯A38.7g(蔗糖酯含量94.8%,其中蔗糖单酯含量20.2%);固体B中加入300mL丁酮于65℃进行萃取,萃取液以水洗(80mLx3),上层有机层蒸馏回收丁酮后,真空干燥即得蔗糖酯B26.7g(蔗糖酯含量98.2%,其中蔗糖单酯含量54.3%)。



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102731583 B

(45) 授权公告日 2014. 08. 13

(21) 申请号 201210187625. 4

(22) 申请日 2012. 06. 06

(73) 专利权人 浙江迪耳化工有限公司

地址 321016 浙江省金华市李渔路 1958 号

(72) 发明人 姜国平

(74) 专利代理机构 杭州天正专利事务所有限公

司 33201

代理人 黄美娟 王兵

(51) Int. Cl.

C07H 13/08 (2006. 01)

C07H 1/00 (2006. 01)

(56) 对比文件

US 3198784 , 1965. 08. 03,

审查员 冯姝雯

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

一种蔗糖苯甲酸酯的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种蔗糖苯甲酸酯的制备方法, 先将蔗糖与氢氧化钠在水中反应, 得到蔗糖醇钠水溶液。将所得蔗糖醇钠水溶液加入苯甲酰氯中反应, 随着反应进行, 再加一定量的甲苯和氢氧化钠水溶液继续反应至完全。通过调整蔗糖、苯甲酰氯和氢氧化钠的配比, 可得到平均取代度在 3 ~ 6 之间特定取代度的蔗糖苯甲酸酯。本发明与现有方法相比, 由于先制成了高活性的蔗糖醇钠中间体, 可稳定的制得 3 ~ 6 之间特定取代度的蔗糖苯甲酸酯, 且平均取代度及各组分含量波动较小。并且操作简单, 工艺稳定性高, 产品的色度低且稳定, 适合工业化生产。

1. 一种平均取代度为 3 ~ 6 蔗糖苯甲酸酯的制备方法,其特征在于所述方法为:将蔗糖与氢氧化钠 A 在水中反应,得到蔗糖醇钠水溶液;蔗糖与氢氧化钠 A 的物质的量比例为 1:1 ~ 3;在不断搅拌下,将所述的蔗糖醇钠水溶液滴加入苯甲酰氯中进行反应,控制反应液的温度为 0 ~ 15℃,反应过程中反应体系变浓稠,反应体系浓稠到难以搅拌时向反应体系中加入甲苯,降低反应体系粘度,蔗糖醇钠水溶液滴加完毕后滴加氢氧化钠 B 的水溶液,控制反应液的温度为 0 ~ 15℃, pH 值 8 ~ 11,加完后升温至 20 ~ 25℃,保温反应 1 ~ 3h 反应完全,再升温至 65 ~ 70℃,分去水层,有机层用少量水洗至中性,然后蒸馏回收甲苯,剩余物即为蔗糖苯甲酸酯;所述的蔗糖、苯甲酰氯、总的氢氧化钠的物质的量比例为 1:3 ~ 6:3 ~ 6.2。

2. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于所述将蔗糖与氢氧化钠 A 在水中反应,所述水的用量为蔗糖质量的 0.5 ~ 3 倍。

3. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于所述的反应体系中的甲苯的总用量为蔗糖质量的 3 ~ 8 倍。

4. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于所述有机层用水洗涤,所述水的质量用量为蔗糖质量的 1.5 ~ 2 倍。

5. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于所述蔗糖、苯甲酰氯的物质的量之比为 1:3.5 ~ 5.8。

6. 根据权利要求 1 所述的方法,其特征在于所述蔗糖、总的氢氧化钠的物质的量之比为 1:3.7 ~ 6.1。

一种蔗糖苯甲酸酯的制备方法

(一) 技术领域

[0001] 本发明属于化学领域,具体地说是一种蔗糖苯甲酸酯的制备方法。

(二) 背景技术

[0002] 蔗糖苯甲酸酯作为合成化工原料、涂料和化妆品原料,并用作高性能塑料改性添加剂而用于高性能液晶显示膜光学材料(可赋予膜特定的光学性能),全息摄影感光材料、电子影像记录原件,以及用于热转印、磁热转印的色带,静电喷涂的色粉和热印刷的油墨等。不同的应用场合对蔗糖苯甲酸酯的平均取代度及各组分含量有相应的要求,以达到较佳的使用效果。

[0003] 美国专利 US3198784 报导了蔗糖与苯甲酰氯的物质的量比例为 1:6~10,制备平均取代度为 6~8 的蔗糖苯甲酸酯的方法:在苯、甲苯、二甲苯、乙苯、氯苯、氯苄、二氯甲烷、氯仿和四氯化碳等溶剂中进行蔗糖的苯甲酯化反应,反应完成后经分水、水洗、回收溶剂等精制操作得平均取代度为 6~8 的蔗糖苯甲酸酯。日本专利昭 52-95625 则报导了在丙酮、丁酮、二噁烷、醋酸甲酯和叔丁醇等在水中有一定溶解度的有机溶剂中制备平均取代度为 1.51~7.76 的蔗糖苯甲酸酯的方法。

[0004] 首先,美国专利所述方法只能制得平均取代度在 6~8 的蔗糖苯甲酸酯,不能制得平均取代度 3~6 的蔗糖苯甲酸酯,其次,蔗糖、苯甲酰氯的利用率低,产品收率低,废水 COD 较高。而日本专利虽然合成了平均取代度为 1.51~7.76 的蔗糖苯甲酸酯,但是该方法水和有机溶剂用量大,且所使用有机溶剂水中溶解度大、沸点低,因而存在单位产品废水量大、废水 COD 高,溶剂单耗大,成本高等缺点。

(三) 发明内容

[0005] 本发明要解决的技术问题是:解决现有技术存在不能制得平均取代度为 3~6 的蔗糖苯甲酸酯、收率偏低、生产成本高等问题或虽能制得平均取代度 3~6 的蔗糖苯甲酸酯但存在单位产品废水量大、废水 COD 高,溶剂单耗大,成本高等问题。本发明的目的是提供一种不但能简便有效稳定地生产平均取代度在 3~6 之间的特定取代度的蔗糖苯甲酸酯,而且收率高,溶剂单耗低,废水中溶剂残留率低,单位产品废水量少且废水 COD 低,对环境影响小,适合工业化生产的方法。

[0006] 本发明采取的技术方案如下:

[0007] 一种蔗糖苯甲酸酯的制备方法,所述方法为:将蔗糖与氢氧化钠 A 在水中反应,得到蔗糖醇钠水溶液;在不断搅拌下,将所述的蔗糖醇钠水溶液滴加入苯甲酰氯中进行反应,控制反应液的温度为 0~15℃,反应过程中反应体系变浓稠,反应体系浓稠到难以搅拌时向反应体系中加入甲苯,降低反应体系粘度,蔗糖醇钠水溶液滴加完毕后滴加氢氧化钠 B 的水溶液,控制反应液的温度为 0~15℃,pH 值 8~11,加完后升温至 20~25℃,保温反应 1~3h 反应完全(优选保温反应 2h),再升温至 65~70℃,分去水层,有机层用少量水洗至中性,然后蒸馏回收甲苯,剩余物即为蔗糖苯甲酸酯;所述的蔗糖、苯甲酰氯、总的氢氧化钠的物质

的量比例为 1:3~6:3~6.2。所述蔗糖苯甲酸酯的平均取代度为 3~6。

[0008] 本发明方法中,所述氢氧化钠 A 与氢氧化钠 B 是不同步骤中加入的氢氧化钠,用氢氧化钠 A 与氢氧化钠 B 加以区分,氢氧化钠 A 与氢氧化钠 B 的总量就是总的氢氧化钠的用量。优选的,所述蔗糖与氢氧化钠 A 的物质的量比例为 1:1~3,更优选为 1:2~2.6。

[0009] 所述蔗糖、苯甲酰氯的物质的量之比优选为 1:3.5~5.8。

[0010] 所述蔗糖、总的氢氧化钠的物质的量之比优选为 1:3.7~6.1。

[0011] 本发明所述将蔗糖与氢氧化钠 A 在水中反应,所述水的用量通常为蔗糖质量的 0.5~3 倍。

[0012] 所述有机层用少量水洗至中性,所述水的用量通常为蔗糖质量的 1.5~2 倍,可将洗涤用水分批多次加入,便于有效洗涤。并且洗涤后的水还可以用于下批次合成用水或用于洗涤。

[0013] 本发明反应体系中,随着反应不断进行,反应体系粘度不断增加,增大了搅拌混合反应原料的难度,因此需要加入甲苯,用于降低反应体系粘度,便于充分搅拌混合反应原料,也防止原料分散不均造成过度取代。在反应过程中监测反应体系,根据反应体系需要,反应体系浓稠到难以搅拌时加入甲苯,通常反应体系中加入甲苯的用量为蔗糖质量的 3~8 倍。

[0014] 本发明的反应原理在于:首先将蔗糖与一定量的氢氧化钠在水中反应,得到蔗糖醇钠水溶液,提高了蔗糖反应活性,当将蔗糖醇钠水溶液加入苯甲酰氯反应时,苯甲酰氯起着反应剂和溶剂的双重作用,即蔗糖醇钠迅速与苯甲酰氯反应生成相应的蔗糖苯甲酸酯,当蔗糖醇钠水溶液加完后所有蔗糖都反应生成了 1 或 2 取代的蔗糖苯甲酸酯,随着反应的进行,加入适量甲苯以溶解反应生成的 2-3 取代的蔗糖苯甲酸酯并降低体系粘度,以利于 2-3 取代的蔗糖苯甲酸酯进一步与苯甲酰氯反应而生成目标产物。因此可通过调整蔗糖和苯甲酰氯配比,达到制备平均取代度在 3~6 之间的特定取代度的蔗糖苯甲酸酯的目的。

[0015] 本发明与现有方法相比,具有以下显著优点:1、由于先制成了高活性的蔗糖醇钠中间体,通过调整蔗糖和苯甲酰氯的配比,可稳定的制得 3~6 之间特定取代度的蔗糖苯甲酸酯,且平均取代度及各组分含量波动较小。2、操作简单,工艺稳定性高,同时产品的色度低且稳定,适合工业化生产。3、由于提高了反应活性和均匀性,进而提高了蔗糖和苯甲酰氯的利用率。4、溶剂单耗低,废水量少,降低生产成本同时减少对环境的影响。

(四) 具体实施方式

[0016] 下面结合实施例对本发明作进一步说明,但本发明的保护范围不限于此。凡是依据本发明的技术实质对实施例所作的任何简单修改、等同变化与修饰,均落入本发明的保护范围内。

[0017] 实施例一

[0018] 在 250ml 锥形瓶中,加入蔗糖 40.0g (116.8mmol)、水 60ml,48% 氢氧化钠水溶液 20g,于 35~40℃ 搅拌溶解得淡黄色透明蔗糖醇钠水溶液,转入恒压滴液漏斗中待用。在装有冰浴、搅拌器、温度计和前述恒压滴液漏斗的 500ml 四颈瓶中,加入苯甲酰氯 57.9g (412.1mmol),控制物料温度 5~10℃,滴加上述蔗糖醇钠水溶液。随着反应进行,物料逐渐变稠,缓慢加入甲苯 180ml,以降低粘度;蔗糖醇钠水溶液约 30 分钟滴加完毕,然后在恒压滴

液漏斗中加入 48% 氢氧化钠水溶液 16g, 向反应体系中滴加 48% 氢氧化钠水溶液, 同时控制物料温度 5~10℃, PH8~11, 加毕, 将物料缓慢升温至 20 ~ 25℃, 保温反应 2 小时。保温反应毕, 加热升温至 65~70℃, 分去水层, 有机层水洗至中性, 每次用水 20ml, 水洗 4 次(洗涤水用于下批合成或水洗)。有机层蒸馏回收甲苯后趁热倒入不锈钢托盘中, 冷却后得透明玻璃状固体蔗糖苯甲酸酯 79. 1g, 测得平均取代度 3. 5, 蔗糖利用率 95. 8%, 酰氯利用率 95. 1%。

[0019] 实施例二

[0020] 在 250ml 锥形瓶中, 加入蔗糖 40. 0g (116. 8mmol)、水 50ml, 48% 氢氧化钠水溶液 25g, 于 35~40℃ 搅拌溶解得淡黄色透明蔗糖醇钠水溶液, 转入恒压滴液漏斗中待用。在装有冰浴、搅拌器、温度计和前述恒压滴液漏斗的 500ml 四颈瓶中, 加入苯甲酰氯 74. 4g (529. 5mmol), 控制物料温度 10~15℃, 滴加上述蔗糖醇钠水溶液。随着反应进行, 物料逐渐变稠, 缓慢加入甲苯 200ml, 以降低粘度; 蔗糖醇钠水溶液约 40 分钟滴加完毕, 然后在恒压滴液漏斗中加入 48% 氢氧化钠水溶液 21. 1g, 向反应体系中滴加 48% 氢氧化钠水溶液, 同时控制物料温度 10~15℃, PH8~11, 加毕, 将物料缓慢升温至 20 ~ 25℃, 保温反应 2 小时。保温反应毕, 加热升温至 65~70℃, 分去水层, 有机层水洗至中性, 每次用水 20ml, 水洗 3 次(洗涤水用于下批合成或水洗)。有机层蒸馏回收甲苯后趁热倒入不锈钢托盘中, 冷却后得透明玻璃状固体蔗糖苯甲酸酯 91. 1g, 测得平均取代度 4. 5, 蔗糖利用率 96. 2%, 酰氯利用率 95. 5%。

[0021] 实施例三

[0022] 在 250ml 锥形瓶中, 加入蔗糖 32. 0g (93. 5mmol)、水 50ml, 48% 氢氧化钠水溶液 22. 5g, 于 35~40℃ 搅拌溶解得淡黄色透明蔗糖醇钠水溶液, 转入恒压滴液漏斗中待用。在装有冰浴、搅拌器、温度计和前述恒压滴液漏斗的 500ml 四颈瓶中, 加入苯甲酰氯 76. 1g (542. 1mmol), 控制物料温度 0~5℃, 滴加上述蔗糖醇钠水溶液。随着反应进行, 物料逐渐变稠, 缓慢加入甲苯 200ml, 以降低粘度; 蔗糖醇钠水溶液约 30 分钟滴加完毕, 然后在恒压滴液漏斗中加入 48% 氢氧化钠水溶液 25g, 向反应体系中滴加 48% 氢氧化钠水溶液, 同时控制物料温度 0~5℃, PH8~11, 加毕, 将物料缓慢升温至 20 ~ 25℃, 保温反应 2 小时。保温反应毕, 加热升温至 65~70℃, 分去水层, 有机层水洗至中性, 每次用水 20ml, 水洗 3 次(洗涤水用于下批合成或水洗)。有机层蒸馏回收甲苯后趁热倒入不锈钢托盘中, 冷却后得透明玻璃状固体蔗糖苯甲酸酯 85. 0g, 测得平均取代度 5. 7, 蔗糖利用率 97. 2%, 苯甲酰氯利用率 95. 6%。

[0023] 实施例四

[0024] 在 500L 反应釜中, 加入蔗糖 128Kg (373. 9mol)、水 200Kg, 48% 氢氧化钠水溶液 64Kg, 搅拌升温至 35~40℃, 溶解得淡黄色透明蔗糖醇钠水溶液, 转入高位计量罐中待用。在 1000L 反应釜中, 加入苯甲酰氯 278. 0Kg (1978. 9mol), 开冷冻盐水, 控制物料温度 5~10℃, 搅拌下滴加上述蔗糖醇钠水溶液, 控制滴加速度以保持料温在 5~10℃, 随着反应进行, 体系逐渐变稠, 缓慢加入甲苯 400Kg, 以降低粘度; 蔗糖醇钠水溶液约 2-3 小时滴加完毕; 然后经高位计量罐缓慢滴加 48% 氢氧化钠水溶液 107. 2Kg, 同时控制物料温度 5~10℃, PH8~11, 加毕缓慢升温至 20 ~ 25℃, 保温反应 2 小时。保温反应毕, 加热升温至 65~70℃, 分去水层, 再加入甲苯 200Kg, 再每次用水 50Kg 进行水洗, 需水洗 4 次(洗涤水用于下批产品合成) 并至 PH 呈中性。有机层转移至 500L 反应釜蒸馏回收甲苯, 然后趁热放入不锈钢托盘中冷却成型, 得透明玻璃状固体蔗糖苯甲酸酯 321. 2Kg, 测得平均取代度 5. 3, 蔗糖利用率 96. 1%, 酰氯利用率 96. 3%。

[0025] 实施例五

[0026] 在 500L 反应釜中,加入蔗糖 128Kg(373.9mol)、实施例四回收的洗涤水 200Kg,48% 氢氧化钠水溶液 64Kg,搅拌升温至 35~40℃,溶解得淡黄色透明蔗糖醇钠水溶液,转入高位计量罐中待用。在 1000L 反应釜中,加入苯甲酰氯 277.5Kg(1975.0mol),开冷冻盐水,控制物料温度 5~10℃,搅拌下滴加上述蔗糖醇钠水溶液,控制滴加速度以保持料温在 5~10℃,随着反应进行,体系逐渐变稠,缓慢加入甲苯 400Kg,以降低粘度;蔗糖醇钠水溶液约 2-3 小时滴加完毕;然后经高位计量罐缓慢滴加 48% 氢氧化钠水溶液 106.5Kg,同时控制物料温度 5~10℃,PH8~11,加毕缓慢升温至 20~25℃,保温反应 2 小时。保温反应毕,加热升温至 65~70℃,分去水层,再加入甲苯 200Kg,再每次用水 50Kg 进行水洗,需水洗 4 次(洗涤水用于下批产品合成)并至 PH 呈中性。有机层转移至 500L 反应釜蒸馏回收甲苯,然后趁热放入不锈钢托盘中冷却成型,得透明玻璃状固体蔗糖苯甲酸酯 321.0Kg,测得平均取代度 5.3,蔗糖利用率 96.1%,酰氯利用率 96.4%。

[0027] 实施例六

[0028] 在 500L 反应釜中,加入蔗糖 128Kg (373.9mol)、水 200Kg,48% 氢氧化钠水溶液 64Kg,搅拌升温至 35~40℃,溶解得淡黄色透明蔗糖醇钠水溶液,转入高位计量罐中待用。在 1000L 反应釜中,加入苯甲酰氯 305.9Kg(2177.2mol),开冷冻盐水,控制物料温度 10~15℃,搅拌下滴加上述蔗糖醇钠水溶液,控制滴加速度以保持料温在 10~15℃,随着反应进行,体系逐渐变稠,缓慢加入甲苯 400Kg,以降低粘度;蔗糖醇钠水溶液约 2-3 小时滴加完毕;然后经高位计量罐缓慢滴加 48% 氢氧化钠水溶液 123.8Kg,同时控制物料温度 10~15℃,PH8~11,加毕缓慢升温至 20~25℃,保温反应 2 小时。保温反应毕,加热升温至 65~70℃,分去水层,再加入甲苯 250Kg,再每次用水 50Kg 进行水洗,需水洗 4 次(洗涤水可用于下批产品合成)并至 PH 呈中性。有机层转移至 500L 反应釜蒸馏回收甲苯,然后趁热放入不锈钢托盘中冷却成型,得透明玻璃状固体蔗糖苯甲酸酯 342.4Kg,测得平均取代度 5.8,蔗糖利用率 96.8%,酰氯利用率 96.5%。

[0029] 本发明一种蔗糖苯甲酸酯的生产方法的实施中所用的原料均为工业级,并均可在国内市场上采购得到。

[0030] 本发明一种蔗糖苯甲酸酯的生产方法的实施中所用的仪器、设备为化工实验、生产中的通用反应釜、液液分离设备等均可根据需从国内市场上选购。

[0031] 本发明一种蔗糖苯甲酸酯的生产方法中产生的少量废水,生化性能良好,可通过废水处理系统处理后,达到国家排放标准。



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101781340 A

(43) 申请公布日 2010.07.21

(21) 申请号 201010108830.8

(22) 申请日 2010.02.09

(71) 申请人 浙江迪耳化工有限公司

地址 321016 浙江省金华市金衢路 128 号

(72) 发明人 姜国平 严晓阳 朱霄鹏

(74) 专利代理机构 杭州天正专利事务所有限公
司 33201

代理人 王兵 黄美娟

(51) Int. Cl.

C07H 13/06 (2006.01)

C07H 1/06 (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 6 页

(54) 发明名称

一种蔗糖脂肪酸酯的提纯方法

(57) 摘要

本发明涉及一种含蔗糖脂肪酸酯混合物的提纯方法,所述的含蔗糖脂肪酸酯混合物来自溶剂法或无溶剂法制备蔗糖脂肪酸酯得到的蔗糖脂肪酸酯粗产物,所述的蔗糖脂肪酸酯粗产物经前处理步骤得蔗糖脂肪酸酯粗品,再将蔗糖脂肪酸酯粗品提纯制得蔗糖脂肪酸酯,所述的提纯是将蔗糖脂肪酸酯粗品进行二级分子蒸馏,一级蒸馏的温度为 100 ~ 140℃,蒸馏压力为 600 ~ 800Pa,二级蒸馏的温度为 100 ~ 150℃,压力 0.01 ~ 1Pa,二级蒸馏轻相和重相分离,所得重相即为纯化的蔗糖脂肪酸酯产品。本发明方法提纯过程中产品受热时间短,产品色泽好;真空度高,产品中溶剂残留少;生产工艺合理,生产过程中产生的含糖及盐的废水,环保处理方便。

1. 一种含蔗糖脂肪酸酯混合物的提纯方法,所述的含蔗糖脂肪酸酯混合物来自溶剂法或无溶剂法制备蔗糖脂肪酸酯得到的蔗糖脂肪酸酯粗产物,所述的蔗糖脂肪酸酯粗产物在有机溶剂存在下经酸化、水洗前处理步骤得蔗糖脂肪酸酯粗品,再将蔗糖脂肪酸酯粗品提纯制得蔗糖脂肪酸酯,其特征在于所述提纯方法包括如下步骤:将蔗糖脂肪酸酯粗品进行二级分子蒸馏,一级蒸馏的温度为 $100 \sim 140^{\circ}\text{C}$,蒸馏压力为 $600 \sim 800\text{Pa}$,二级蒸馏的温度为 $100 \sim 150^{\circ}\text{C}$,压力 $0.01 \sim 1\text{Pa}$,二级蒸馏轻相和重相分离,所得重相即为纯化的蔗糖脂肪酸酯产品。

2. 如权利要求 1 所述的含蔗糖脂肪酸酯混合物的提纯方法,其特征在于所述的无溶剂法是在无溶剂条件下,直接用蔗糖、脂肪酸酯、脂肪酸皂及在催化剂作用下进行反应,而后蒸馏,冷却得到蔗糖脂肪酸酯粗产物。

3. 如权利要求 1 所述的含蔗糖脂肪酸酯混合物的提纯方法,其特征在于所述的溶剂法是将脂肪酸酯、有机溶剂、蔗糖在碳酸钾催化剂作用下进行均相酯交换反应,然后减压蒸馏,回收溶剂后,得到蔗糖脂肪酸酯粗产物。

4. 如权利要求 1 所述的提纯方法,其特征在于所述的前处理步骤为:将蔗糖脂肪酸酯粗产物加入有机溶剂和水的混合溶液中,加热溶解,以酸调节 $\text{PH } 3 \sim 4$ 后,静置分层,取有机层,经水洗后进行减压蒸馏除去有机溶剂,得蔗糖脂肪酸酯粗品。

5. 如权利要求 4 所述的提纯方法,其特征在于所述有机溶剂为正丁醇、乙酸乙酯、丁酮。

6. 如权利要求 4 所述的提纯方法,其特征在于所述有机溶剂的体积用量以蔗糖酯粗产物的质量计为 $0.5 \sim 10\text{ml/g}$,在有机溶剂和水的混合溶液中有机溶剂与水的体积比为 $1 : 0.01 \sim 1$ 。

7. 如权利要求 4 所述的提纯方法,其特征在于所述的酸为硫酸、柠檬酸、醋酸或盐酸。

8. 如权利要求 1 所述的提纯方法,其特征在于所述一级蒸馏温度为 $110 \sim 120^{\circ}\text{C}$ 。

9. 如权利要求 1 所述的提纯方法,其特征在于所述二级蒸馏温度为 $110 \sim 140^{\circ}\text{C}$ 。

10. 如权利要求 1 所述的提纯方法,其特征在于所述二级压力为 $0.1 \sim 0.5\text{Pa}$ 。

一种蔗糖脂肪酸酯的提纯方法

（一）技术领域

[0001] 本发明涉及一种蔗糖脂肪酸酯的提纯方法，特别是涉及用分子蒸馏提纯蔗糖脂肪酸酯的方法。

（二）背景技术

[0002] 蔗糖脂肪酸酯简称蔗糖酯 (sucrose fatty acid ester) 是一种 HLB (亲水亲脂平衡) 值域宽、效果好、安全性高、应用范围广的乳化剂，通常在化工产品、日化用品、食品以及药品的生产加工中作为添加剂使用，世界卫生组织 (WHO)、联合国粮食组织 (FAO)、欧共体、日本、中国及美国等均已批准蔗糖酯作为食品添加剂。

[0003] 分子蒸馏是一种特殊的液—液分离技术，它不同于传统蒸馏依靠沸点差分离原理，而是靠不同物质分子运动平均自由程的差别实现分离。分子蒸馏技术，具有其它分离技术无法比拟的优点：1、操作温度低（远低于沸点）、真空度高（空载 $\leq 1\text{Pa}$ ）、受热时间短（以秒计）、分离效率高等，特别适宜于高沸点、热敏性、易氧化物质的分离；2、可有效地脱除低分子物质（脱臭）、重分子物质（脱色）及脱除混合物中杂质；3、其分离过程为物理分离过程，可很好地保护被分离物质不被污染，特别是可保持天然提取物的原来品质；4、分离程度高，高于传统蒸馏及普通的薄膜蒸发器。

[0004] 目前蔗糖酯的工业化生产的方法蔗糖酯酯交换法，酯交换法合成蔗糖酯分为溶剂法和无溶剂法，但是这两种方法生产的产品中含有蔗糖单酯、蔗糖双酯、蔗糖多酯以及未反应的蔗糖、脂肪酸皂、脂肪酸、脂肪酸甲酯和 / 或单甘酯和 / 或脂肪酸丙二醇酯、催化剂等杂质，在中国专利 ZL200510006011.1 和欧洲专利 EP0448996 中分别所述一种提纯蔗糖酯的方法，其方法是将蔗糖酯粗品溶解在能溶解它的有机溶剂中，然后在 100 份的蔗糖酯粗品中加入 20 至 200 重量份碱土金属化合物进行反应；碱土金属化合物过量加入，使蔗糖酯纯化反应结束后水解的可能性很大，蔗糖酯不稳定，不利于获得高纯度的蔗糖酯；碱土金属化合物一般不溶于有机溶剂，直接与有机溶剂中杂质脂肪酸皂或硬脂酸反应，反应很难进行，杂质不易除去，反应不彻底，不能有效的去除杂质。

[0005] 本发明用分子蒸馏技术将脂肪酸和未反应的脂肪酸甲酯和 / 或单甘酯和 / 或脂肪酸丙二醇酯蒸馏除去，得到经分子蒸馏纯化的蔗糖酯产品。

（三）发明内容

[0006] 本发明所要解决的技术问题是提供一种利用分子蒸馏技术进行蔗糖脂肪酸酯的提纯方法，具有效果好、工艺简单、副产物方便回收利用的优点。

[0007] 为了实现以上目的，本发明的技术方案是：

[0008] 一种含蔗糖脂肪酸酯混合物的提纯方法，所述的含蔗糖脂肪酸酯混合物来自溶剂法或无溶剂法制备蔗糖脂肪酸酯得到的蔗糖脂肪酸酯粗产物，所述的蔗糖脂肪酸酯粗产物在有机溶剂存在下经酸化、水洗前处理步骤得蔗糖脂肪酸酯粗品，再将蔗糖脂肪酸酯粗品提纯制得蔗糖脂肪酸酯，所述提纯方法包括如下步骤：将蔗糖脂肪酸酯粗品进行二级分子

蒸馏,一级蒸馏的温度为 100 ~ 140℃,蒸馏压力为 600 ~ 800Pa,二级蒸馏的温度为 100 ~ 150℃,压力 0.01 ~ 1Pa,二级蒸馏轻相和重相分离,所得重相即为纯化的蔗糖脂肪酸酯产品。分子蒸馏操作过程中需根据分子蒸馏设备产能来调节蒸馏流量,这是本领域技术人员公知的操作方法,根据设备的不同,作适当调整,本发明实施例一级蒸馏时的流量控制在 0.05 ~ 2kg/h。

[0009] 无论是无溶剂方法或是溶剂法制备的蔗糖脂肪酸酯,获得的蔗糖脂肪酸酯粗产品,都可用本发明提纯方法提纯蔗糖脂肪酸酯。本发明指的无溶剂法是在无溶剂条件下,直接用蔗糖,脂肪酸酯、脂肪酸皂及在催化剂作用下进行反应,而后蒸馏,冷却得到蔗糖脂肪酸酯粗产物。所述的脂肪酸酯可以是甲酯、丙二醇酯、或甘油三酯(氢化油),但常用的是脂肪酸甲酯。本发明所指的溶剂法是将脂肪酸酯、有机溶剂、蔗糖在碳酸钾催化剂作用下进行均相酯交换,然后减压蒸馏,回收溶剂后,得到蔗糖脂肪酸酯粗产物,溶剂法用的脂肪酸酯通常选脂肪酸甲酯。

[0010] 本发明推荐在提纯方法处理前,最好先将蔗糖脂肪酸酯粗产物在有机溶剂存在下酸化、水洗的前处理步骤得蔗糖脂肪酸酯粗品,再将蔗糖脂肪酸酯粗品提纯制得蔗糖脂肪酸酯;这里酸化目的是将蔗糖脂肪酸酯混合物中的脂肪酸皂酸化成脂肪酸、水洗的目的是除去残留的蔗糖、盐及水溶性色素;所述提纯方法包括如下步骤:将蔗糖脂肪酸酯粗品进行二级分子蒸馏,一级蒸馏的温度为 100 ~ 140℃,蒸馏压力为 600 ~ 800Pa,二级蒸馏的温度为 100 ~ 150℃,压力 0.01 ~ 1Pa,二级蒸馏轻相和重相分离,所得重相即为纯化的蔗糖酯产品。

[0011] 本发明所述的前处理步骤为:将蔗糖脂肪酸酯粗产物加入有机溶剂和水的混合溶液中,加热溶解,以酸调节 PH 3 ~ 4 后,静置分层,取有机层,经水洗后进行减压蒸馏除去有机溶剂,得蔗糖脂肪酸酯粗品。

[0012] 所述有机溶剂为正丁醇、乙酸乙酯、丁酮。

[0013] 本发明用于酸化的酸优选硫酸、柠檬酸、醋酸或盐酸。

[0014] 推荐所述有机溶剂的体积用量以蔗糖酯粗产物的质量计为 0.5 ~ 10ml/g。在有机溶剂和水的混合溶液中有有机溶剂与水的体积比为 1 : 0.01 ~ 1。

[0015] 本发明所述的一级蒸馏温度优选为 110 ~ 120℃,蒸馏压力为 600 ~ 800Pa,所述二级蒸馏温度为 110 ~ 140℃,蒸馏压力为 0.1 ~ 0.5Pa。具体的,本发明推荐如下含蔗糖脂肪酸酯混合物的提纯方法,将溶剂法或无溶剂法获得的蔗糖脂肪酸酯粗产物加入有机溶剂和水的混合溶液中,加热溶解,以酸调节 PH 3 ~ 4 后,静置分层,取有机层,经水洗后进行减压蒸馏除去有机溶剂,得蔗糖脂肪酸酯粗品;将蔗糖脂肪酸酯粗品进行二级分子蒸馏,一级蒸馏的温度为 110 ~ 120℃,蒸馏压力为 600 ~ 800Pa,二级蒸馏的温度为 100 ~ 150℃,压力 0.1 ~ 0.5Pa,二级蒸馏轻相和重相分离,所得重相即为纯化的蔗糖酯产品,所述有机溶剂为正丁醇、乙酸乙酯或丁酮,所述的酸为硫酸、柠檬酸、醋酸或盐酸。

[0016] 本发明的优点和积极效果:1、本发明中产品蒸馏提纯过程中产品受热时间短,产品色泽好;2、本发明中产品蒸馏提纯过程的真空度高,产品中溶剂残留少;3、蒸馏所得的脂肪酸和脂肪酸甲酯和/或单甘酯和/或脂肪酸丙二醇酯直接回收套用于蔗糖酯粗品的合成;4、生产工艺合理,生产过程中产生的含糖及盐的废水,环保处理方便。因此本发明既适合无溶剂法合成的蔗糖酯粗品的提纯,也适合溶剂法合成的蔗糖酯粗品的提纯,获得的蔗

糖酯产品符合欧盟、美国和日本国家标准,具有广阔的市场前景。

(四) 具体实施方式

[0017] 下面结合具体实施例对本发明进行进一步描述,但本发明的保护范围并不仅限于此。

[0018] 实施例一:

[0019] 1、无溶剂法合成蔗糖脂肪酸酯粗产物

[0020] 将 171 克蔗糖、150 克硬脂酸甲酯、54 克硬脂酸钾以及 22.5 克碳酸钾,在温度为 140 ~ 145℃,压力为 2000Pa 的条件下加热搅拌反应 8 小时,冷却得蔗糖脂肪酸酯粗产物 372.5 克

[0021] 2、蔗糖脂肪酸酯粗产物的前处理

[0022] 取上述蔗糖脂肪酸酯粗产物 300 克,加入 200 毫升乙酸乙酯和 200 毫升水中,在 50℃下搅拌使之溶解;用质量浓度 10% 柠檬酸调节 PH 为 3 后,静置,分去下层水;再加入 100 毫升水洗涤 2 次,除去残留的蔗糖、盐及水溶性色素;将上层有机溶剂层,在 95℃减压蒸馏,除去有机溶剂得蔗糖脂肪酸酯粗品 176 克,所述的蔗糖脂肪酸酯粗品测定含量如下:

[0023]	组分名称	含量 (%)
[0024]	蔗糖酯	67.3
[0025]	未反应蔗糖	0.4
[0026]	硬脂酸钾	0.6
[0027]	硬脂酸	25.3
[0028]	硬脂酸甲酯	6.4

[0029] 其中蔗糖酯中单酯含量为 45.4%、双酯 21.8%、多酯 32.8%。

[0030] 3、纯化:取 100 克上述蔗糖酯粗品,用分子蒸馏装置进行蒸馏,其中一级蒸馏的温度为 100℃,压力 800Pa,流量 0.1kg/h;二级蒸馏的温度为 110℃,压力 0.01Pa。二级蒸馏所得重相即纯化的蔗糖酯产品 70.3 克,经检测:酸值 2.1mgKOH/g、游离糖 0.6%、灰分 0.28%、总酯含量 95.4%、单酯含量 48.6%。

[0031] 实施例二:

[0032] 1、无溶剂法合成蔗糖脂肪酸酯粗产物

[0033] 将 200 克蔗糖、150 克硬脂酸甲酯、50 克硬脂酸钾以及 25 克碳酸钾,在温度为 140 ~ 145℃,压力为 2000Pa 的条件下加热搅拌反应 8 小时,冷却得蔗糖脂肪酸酯粗产物 398 克。

[0034] 2、蔗糖脂肪酸酯粗产物的前处理:取上述蔗糖脂肪酸酯粗产物 300 克,加入 400 毫升丁酮和 200 毫升水中,在 50℃下搅拌使之溶解;用质量浓度 5% 盐酸调节 PH 为 4 后,静置,分去下层水;再加入 200 毫升水洗涤 2 次,除去残留的蔗糖、盐及水溶性色素;将上层有机溶剂层,在 95℃减压蒸馏,除去有机溶剂得蔗糖脂肪酸酯粗品 170 克,所述的蔗糖脂肪酸酯粗品测定含量如下:

[0035]	组分名称	含量, %
[0036]	蔗糖酯	71.3
[0037]	未反应蔗糖	0.6
[0038]	硬脂酸钾	0.9

[0039] 硬脂酸 22.5

[0040] 硬脂酸甲酯 4.7

[0041] 上述蔗糖酯中单酯含量为 51.0%、双酯 28.6%、多酯 20.4%。

[0042] 3、纯化：取 100 克上述蔗糖酯样品，用分子蒸馏装置进行蒸馏，其中一级蒸馏的温度为 110℃，压力 600Pa，流量 1.0kg/h；二级蒸馏的温度为 120℃，压力 0.05Pa。二级蒸馏所得重相即纯化的蔗糖酯产品 74.9 克，经检测：酸值 3.2mgKOH/g、游离糖 0.9%、灰分 0.45%、总酯含量 94.6%、单酯含量 53.5%。

[0043] 实施例三：

[0044] 1、二甲亚砜为溶剂合成的蔗糖脂肪酸酯粗产物

[0045] 取蔗糖 250 克溶于二甲亚砜 750 毫升，并于其中加入硬脂酸甲酯 75 克。于此混合物中加入碳酸钾 4 克，于 85℃ 反应 4.5 小时，同时减压下馏出反应中生成的甲醇。反应结束立即加入硬脂酸 17 克，并在减压和 80℃ 下将其浓缩后烘干，得蔗糖脂肪酸酯粗产物 345 克。

[0046] 2、蔗糖脂肪酸酯粗产物的前处理：取上述蔗糖脂肪酸酯粗产物 300 克，加入 3000 毫升正丁醇和 200 毫升水中，在 50℃ 下搅拌使之溶解；用 20% 硫酸调节 PH 为 3 后，静置，分去下层水；再加入 200 毫升水洗涤 2 次，除去残留的蔗糖、盐及水溶性色素；将上层有机溶剂层，在 95℃ 减压蒸馏，除去有机溶剂得蔗糖脂肪酸酯粗品 150 克，所述的蔗糖脂肪酸酯粗品测定含量如下：

[0047]	组分名称	含量，%
[0048]	蔗糖酯	85.6
[0049]	未反应蔗糖	0.5
[0050]	硬脂酸钾	0.1
[0051]	硬脂酸	11.4
[0052]	硬脂酸甲酯	2.4
[0053]	上述蔗糖酯中单酯含量为 73.0%、双酯 20.3%、多酯 6.7%。	
[0054]	3、纯化：取 100 克上述蔗糖酯样品，用分子蒸馏装置进行蒸馏，其中一级蒸馏的温度为 115℃，压力 700Pa，流量 2.0kg/h；二级蒸馏的温度为 120℃，压力 0.8Pa。二级蒸馏所得重相即纯化的蔗糖酯产品 92.6 克，经检测：酸值 3.0mgKOH/g、游离糖 0.6%、灰分 0.04%、总酯含量 97.7%、单酯含量 73.5%。	
[0055]	实施例四：	
[0056]	1、丙二醇酯法合成蔗糖脂肪酸酯粗产物	
[0057]	将粉末状蔗糖 204 克、丙二醇棕榈酸酯 94 克和棕榈酸钾充分混合后，放入反应烧瓶中，并浸 175℃ 油浴中，熔成流动的膏状物，压力慢慢减至 1333 ~ 666Pa 反应 20 分钟，冷却得蔗糖脂肪酸酯粗产物 346 克。	
[0058]	2、蔗糖脂肪酸酯粗产物的前处理：取上述蔗糖脂肪酸酯粗产物 300 克，加入 600 毫升丁酮和 100 毫升水中，在 50℃ 下搅拌使之溶解；用 10% 柠檬酸调节 PH 为 4 后，静置，分去下层水；再加入 100 毫升水洗涤 2 次，除去残留的蔗糖、盐及水溶性色素；将上层有机溶剂层，在 95℃ 减压蒸馏，除去有机溶剂得蔗糖脂肪酸酯粗品 185 克，所述的蔗糖脂肪酸酯粗品测定含量如下：	

[0059]	组分名称	含量, %
[0060]	蔗糖酯	73.2
[0061]	未反应蔗糖	0.8
[0062]	棕榈酸钾	0.6
[0063]	棕榈酸	17.5
[0064]	棕榈酸丙二醇酯	7.9

[0065] 上述蔗糖酯中单酯含量为 43.7%、双酯 32.7%、多酯 23.6%。

[0066] 3、纯化：取 100 克上述蔗糖酯样品，用分子蒸馏装置进行蒸馏，其中一级蒸馏的温度为 120℃，压力 800Pa，流量 0.2kg/h；二级蒸馏的温度为 125℃，压力 0.1Pa。二级蒸馏所得重相即纯化的蔗糖酯产品 75.4 克，经检测：酸值 1.6mgKOH/g、游离糖 1.1%、灰分 0.24%、总酯含量 96.7%、单酯含量 45.3%。

[0067] 实施例五：

[0068] 1、以水为溶剂合成蔗糖脂肪酸酯粗产物

[0069] 于 1500 毫升烧瓶中加入 200 克蔗糖、100 克硬脂酸钠和水 100 克，搅拌使之形成均一的混合溶液。然后于 100～120℃下将大部分水馏出，加入碳酸钾 4 克。温度升高到 150℃，于 6665Pa 下慢慢蒸出残存水分，并同时加入 100 克硬脂酸甲酯，保温反应 3 小时，冷却得蔗糖脂肪酸酯粗产物 392 克。

[0070] 2、蔗糖脂肪酸酯粗产物的前处理：取上述蔗糖脂肪酸酯粗产物 300 克，加入 1200 毫升正丁醇和 200 毫升水中，在 50℃下搅拌使之溶解；用 10% 柠檬酸调节 PH 为 3 后，静置，分去下层水；再加入 200 毫升水洗涤 2 次，除去残留的蔗糖、盐及水溶性色素；将上层有机溶剂层，在 95℃减压蒸馏，除去有机溶剂得蔗糖脂肪酸酯粗品 172 克，所述的蔗糖脂肪酸酯粗品测定含量如下：

[0071]	组分名称	含量, %
[0072]	蔗糖酯	58.2
[0073]	未反应蔗糖	0.8
[0074]	硬脂酸钠	0.8
[0075]	硬脂酸	24.8
[0076]	硬脂酸甲酯	15.4

[0077] 上述蔗糖酯中单酯含量为 46.7%、双酯 37.2%、多酯 16.1%。

[0078] 3、纯化：取 100 克上述蔗糖酯样品，用分子蒸馏装置进行蒸馏，其中一级蒸馏的温度为 120℃，压力 800Pa，流量 0.5kg/h；二级蒸馏的温度为 130℃，压力 0.5Pa。二级蒸馏所得重相即纯化的蔗糖酯产品 60.2 克，经检测：酸值 1.4mgKOH/g、游离糖 1.3%、灰分 0.4%、总酯含量 95.6%、单酯含量 58.3%。

[0079] 实施例六：

[0080] 1、无溶剂法合成蔗糖脂肪酸酯粗产物

[0081] 将 171 克蔗糖、171 克硬脂酸甲酯、50 克硬脂酸钾以及 25 克碳酸钾，在温度为 138～145℃，压力为 2000Pa 的条件下加热搅拌反应 9 小时，冷却得蔗糖脂肪酸酯粗产物 386 克。

[0082] 2、蔗糖脂肪酸酯粗产物的前处理：取上述蔗糖脂肪酸酯粗产物 300 克，加入 1500 毫升乙酸乙酯和 250 毫升水中，在 50℃下搅拌使之溶解；用 5% 盐酸调节 PH 为 3 后，静置，

分去下层水 ;再加入 250 毫升水洗涤 2 次,除去残留的蔗糖、盐及水溶性色素 ;将上层有机溶剂层,在 95℃减压蒸馏,除去有机溶剂得蔗糖脂肪酸酯粗品 167 克,所述的蔗糖脂肪酸酯粗品测定含量如下 :

[0083]	组分名称	含量, %
[0084]	蔗糖酯	66.4
[0085]	未反应蔗糖	0.7
[0086]	硬脂酸钾	0.8
[0087]	硬脂酸	23.8
[0088]	硬脂酸甲酯	8.3

[0089] 上述蔗糖酯中单酯含量为 46.4%、双酯 32.7%、多酯 20.9%。

[0090] 3、纯化 :取 100 克上述蔗糖酯样品,用分子蒸馏装置进行蒸馏,其中一级蒸馏的温度为 120℃,压力 600Pa,流量 0.5kg/h ;二级蒸馏的温度为 140℃,压力 0.1Pa。二级蒸馏所得重相即纯化的蔗糖酯产品 67.4 克,经检测酸值 0.6mgKOH/g、游离糖 1.1%、灰分 0.4%、总酯含量 97.6%、单酯含量 47.9%。

[0091] 实施例七 :

[0092] 1、以水为溶剂合成蔗糖脂肪酸酯粗产物

[0093] 于 1500 毫升烧瓶中加入 200 克蔗糖、100 克硬脂酸钠和水 240 克,搅拌使之形成均一的混合溶液。然后加入氢化油 110 克和碳酸钾 4 克,温度升高到 150℃,于 1333Pa 下减压脱水,形成熔融物后,在 667Pa 下和 160±2℃保温反应 2 小时,冷却得蔗糖脂肪酸酯粗产物 410 克。

[0094] 2、蔗糖脂肪酸酯粗产物的前处理 :取上述蔗糖脂肪酸酯粗产物 400 克,加入 1200 毫升正丁醇和 200 毫升水中,在 50℃下搅拌使之溶解 ;用 10%柠檬酸调节 PH 为 3 后,静置,分去下层水 ;再加入 200 毫升水洗涤 2 次,除去残留的蔗糖、盐及水溶性色素 ;将上层有机溶剂层,在 95℃减压蒸馏,除去有机溶剂得蔗糖脂肪酸酯粗品 172 克,所述的蔗糖脂肪酸酯粗品测定含量如下 :

[0095]	组分名称	含量%
[0096]	蔗糖酯	56.3
[0097]	未反应蔗糖	0.6
[0098]	硬脂酸钠	0.5
[0099]	硬脂酸	28.5
[0100]	硬脂酸甘油酯	14.1

[0101] 上述蔗糖酯中单酯含量为 56.7%、双酯 32.2%、多酯 11.1%。

[0102] 3、纯化 :取 100 克上述蔗糖酯样品,用分子蒸馏装置进行蒸馏,其中一级蒸馏的温度为 120℃,压力 800Pa,流量 0.8kg/h ;二级蒸馏的温度为 130℃,压力 0.5Pa。二级蒸馏所得重相即纯化的蔗糖酯产品 57.6 克,经检测 :酸值 3.4mgKOH/g、游离糖 1.0%、灰分 0.32%、总酯含量 95.6%、单酯含量 57.3%。