



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108067160 A

(43)申请公布日 2018.05.25

(21)申请号 201611032669.4

(22)申请日 2016.11.18

(71)申请人 广西高通食品科技有限公司

地址 545100 广西壮族自治区柳州市柳江县穿山镇高通路5号

(72)发明人 李荫展 李军生 韦盛孙 赵海南 陈君贤

(74)专利代理机构 柳州市荣久专利商标事务所 (普通合伙) 45113

代理人 韦微

(51)Int.Cl.

B01J 2/04(2006.01)

C07H 13/06(2006.01)

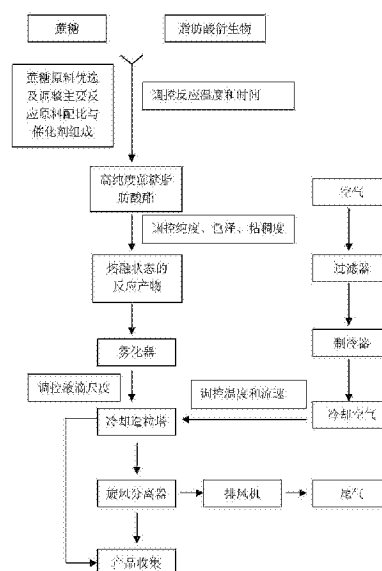
权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54)发明名称

一种喷雾冷却制备蔗糖脂肪酸酯颗粒的方法

(57)摘要

本发明涉及一种喷雾冷却制备蔗糖脂肪酸酯颗粒的方法,该方法是将无溶剂法生产的熔融状态的蔗糖脂肪酸酯,直接通过雾化器将其雾化喷洒在冷却塔中,与冷却塔中的空气进行热交换后固化得到蔗糖脂肪酸酯颗粒成品。本发明完全不同于传统蔗糖脂肪酸酯生产工艺,反应产物无需自然冷却,也无需再经机械粉碎,使蔗糖脂肪酸酯生产从投料、反应到终产品,整个生产工艺流程在全封闭的环境中一次性完成,避免粉尘可能造成的环境污染、产品污染、人体危害等发生,同时极大程度地提高蔗糖脂肪酸酯产品品质。与传统机械粉碎加工的传统粉末状蔗糖脂肪酸酯相比较,该技术产品具有粒径分布均匀、球形度高、流动性好、不易受潮、润湿性及溶解性高等优点。



1. 一种喷雾冷却制备蔗糖脂肪酸酯颗粒的方法, 其特征在于: 将无溶剂法生产的熔融状态的蔗糖脂肪酸酯, 直接通过雾化器雾化喷洒在冷却造粒塔中, 与冷却造粒塔中的冷空气进行热交换后冷却固化得到蔗糖脂肪酸酯颗粒;

所述的无溶剂法生产熔融状态的蔗糖脂肪酸酯的具体条件为: 反应原料蔗糖和脂肪酸酯的质量配比为1:1.4~6, 催化剂的用量为原料总质量的1%~5%, 整个反应体系应控制在真空度大于0.094MPa的真空状态, 反应温度应控制在120℃~140℃, 反应时间应控制在3~6小时,

雾化器喷雾冷却的条件为: 雾化器的转速为2000~12000r/min, 进风温度5~20℃, 出风温度30~45℃, 进料温度 100~130℃, 进料速度为30~600L/h, 冷风流量100~1000立方米/小时。

2. 根据权利要求1所述的一种喷雾冷却制备蔗糖脂肪酸酯颗粒的方法, 其特征在于: 反应原料蔗糖和脂肪酸酯的质量配比为1:4, 催化剂的用量为原料总质量的3.5%。

3. 根据权利要求1或2所述的一种喷雾冷却制备蔗糖脂肪酸酯颗粒的方法, 其特征在于: 反应原料蔗糖为精制白砂糖, 还原糖含量应低于0.2%。

4. 根据权利要求1或2所述的一种喷雾冷却制备蔗糖脂肪酸酯颗粒的方法, 其特征在于: 得到蔗糖脂肪酸酯颗粒成品的粒径为10~500μm。

5. 根据权利要求1或2所述的一种喷雾冷却制备蔗糖脂肪酸酯颗粒的方法, 其特征在于: 所述的催化剂是食品级碳酸钾或/和食品级氢氧化钾。

一种喷雾冷却制备蔗糖脂肪酸酯颗粒的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种蔗糖脂肪酸酯颗粒的方法,尤其是利用喷雾冷却制备蔗糖脂肪酸酯颗粒的方法。

背景技术

[0002] 由于针对目前蔗糖脂肪酸酯的主要生产方法是无溶剂法,而无溶剂蔗糖脂肪酸酯生产法则是通过高温使蔗糖和脂肪酸酯在熔融相中发生酯化反应而生成蔗糖脂肪酸酯,因此,传统蔗糖脂肪酸酯反应产物需要经自然冷却成为块状或蜡状固体后,再经机械粉碎加工方成为粉末状成品。此外,由于蔗糖自身吸潮性能,特别是其中还原糖含量过量,在蔗糖脂肪酸酯反应产物自然冷却和机械粉碎过程中,以及成品储存过程中蔗糖脂肪酸酯产品易吸潮结块;因此,传统无溶剂蔗糖脂肪酸酯生产工艺,特别是后加工工序,严重地影响了蔗糖脂肪酸酯产品外观品质及使用性能。此外,传统机械粉碎工艺还产生大量粉尘而对环境及产品可能造成污染,对直接生产人员的身体健康也可能造成影响。

发明内容

[0003] 本发明要解决的技术问题是:提供一种喷雾冷却制备蔗糖脂肪酸酯颗粒的方法,该方法反应产物无需自然冷却,也无需再经机械粉碎,使蔗糖脂肪酸酯生产从投料、反应到终产品,整个生产工艺流程在全封闭的环境中一次性完成,避免粉尘可能造成的环境污染、产品污染、人体危害等发生,同时极大程度地提高蔗糖脂肪酸酯产品品质。

[0004] 解决上述技术问题的技术方案是:一种喷雾冷却制备蔗糖脂肪酸酯颗粒的方法,将无溶剂法生产的熔融状态的蔗糖脂肪酸酯,直接通过雾化器雾化喷洒在冷却造粒塔中,与冷却造粒塔中的冷空气进行热交换后冷却固化得到蔗糖脂肪酸酯颗粒;

所述的无溶剂法生产熔融状态的蔗糖脂肪酸酯的具体条件为:反应原料蔗糖和脂肪酸酯的质量配比为1:1.4~6,催化剂的用量为原料总质量的1%~5%,整个反应体系应控制在真空度大于0.094MPa的真空状态,反应温度应控制在120℃~140℃,反应时间应控制在3~6小时,

雾化器喷雾冷却的条件为:雾化器的转速为2000~12000r/min,进风温度5~20℃,出风温度30~45℃,进料温度 100~130℃,进料速度为30~600L/h,冷风流量100~1000立方米/小时。

[0005] 本发明的进一步技术特征是:反应原料蔗糖和脂肪酸酯的质量配比为1:4,催化剂的用量为原料总质量的3.5%。

[0006] 反应原料蔗糖为精制白砂糖,还原糖含量应低于0.2%。

[0007] 得到蔗糖脂肪酸酯颗粒成品的粒径为10~500μm。

[0008] 所述的催化剂是食品级碳酸钾或/和食品级氢氧化钾。

[0009] 热熔喷雾冷却技术,不需使用任何溶剂,将熔融物料通过雾化器分散成雾状液滴,并在冷却室内与冷空气充分接触进行热交换,使雾状液滴迅速凝固,在高效旋风分离器内

完成气固分离得到细度均一、品质均一的极细粉体或细颗粒半成品或成品的一种特殊制剂手段,正好可以用于对传统蔗糖脂肪酸酯生产工艺进行革命性改进,即通过热熔喷雾冷却技术制备蔗糖脂肪酸酯颗粒制品,改善蔗糖脂肪酸酯产品粒径分布、球形度、流动性、润湿性及溶解性,提高产品品质。

[0010] 由于通过高温使蔗糖和脂肪酸酯在熔融相中发生酯交换反应而生成蔗糖脂肪酸酯,反应温度在120℃-140℃之间,极易焦化变色,使得反应产物呈现微黄色粘稠状或树脂状液体形式,偏离正常的无色或白色状态。此外,传统机械粉碎工艺还产生大量粉尘而对环境和产品可能造成污染,对直接生产人员的身体健康也可能造成影响。因此,通过热熔喷雾冷却制备蔗糖脂肪酸酯颗粒制品,不但能赋予蔗糖脂肪酸酯产品粒径分布均匀、球形度高、流动性好、润湿性及溶解性高等优点,提高产品品质,而且还能使蔗糖脂肪酸酯生产从投料、反应到终产品整个生产工艺流程在全封闭的环境中一次性完成,避免粉尘可能造成的环境污染、产品污染、人体危害等发生。

[0011] 本发明具有的有益效果具体分述如下:

1. 蔗糖脂肪酸酯生产,从投料、反应到终产品,整个生产工艺流程在全封闭的环境中一次性完成。与传统蔗糖脂肪酸酯生产工艺相比,生产效率和产品品质均得到提升。

[0012] 2. 与传统机械粉碎加工的传统粉末状蔗糖脂肪酸酯相比较,该技术产品具有粒径分布均匀、球形度高、流动性好、不易受潮、润湿性好等优点,产品原有的理化特性得以有效保持,产品易于长期保存。

[0013] 3. 由于该技术产品具有优秀的润湿性能,可以快速分散溶解,因此,可以避免传统粉末蔗糖脂肪酸酯产品使用时难于分散溶解,甚至结团现象发生。

[0014] 4. 蔗糖脂肪酸酯生产无需机械粉碎,避免粉尘可能造成的环境污染、产品污染、人体危害等发生。

附图说明

[0015]

图1:本发明工艺流程图。

[0016] 图2:本发明制备得到的蔗糖脂肪酸酯颗粒的显微镜放大图(放大较小倍数)。

[0017] 图3:本发明制备得到的蔗糖脂肪酸酯颗粒的显微镜放大图(放大较大倍数)。

具体实施方式

[0018] 实施例1

1) 蔗糖为亚硫酸法机制白砂糖,还原糖含量为0.50%。

[0019] 2) 蔗糖脂肪酸酯的主要反应原料白砂糖和脂肪酸甲酯的配比为1:4,催化剂组成比例为反应原料总质量3.5%(即白砂糖和脂肪酸甲酯总质量的3.5%),整个反应体系应控制在真空状态,真空度保持在0.098 MPa,反应温度控制在 $125 \pm 1^\circ\text{C}$,反应时间控制在3小时。

[0020] 采用无溶剂法生产的熔融状态的蔗糖脂肪酸酯该保持良好的熔融状态,物料温度为 $125 \pm 1^\circ\text{C}$,保持流动性。

[0021] 3) 将反应完成的蔗糖脂肪酸酯高温溶液通入离心雾化器进行喷雾冷却,喷雾冷却的条件为:离心盘转速7000r/min,进风温度16℃,出风温度在30-45℃之间变动,进料温度

123℃,进料速度为60L/h,控制冷空气流量200m³/h。采用该雾化条件得到的产品通常为规则的球形颗粒,具有极佳的流动性。

[0022] 运用本方法所得蔗糖脂肪酸酯终产品是粒径为200~400μm大小不等的颗粒,由于含还原糖过高,物料呈淡褐色,色泽不理想。

[0023] 实施例2

1) 蔗糖为碳酸法机制糖白砂糖,还原糖含量为0.03%。

[0024] 2) 蔗糖脂肪酸酯的主要反应原料白砂糖和脂肪酸甲酯的配比为1:4,催化剂组成比例为3.5%,整个反应体系应控制在真空状态,真空度保持在0.098 MPa,反应温度控制在123±1℃,反应时间控制在3小时。

[0025] 采用无溶剂法生产的熔融状态的蔗糖脂肪酸酯保持良好的熔融状态,物料温度为123±1℃,流动性良好。

[0026] 3) 将反应完成的蔗糖脂肪酸酯高温溶液通入离心雾化器进行喷雾冷却,喷雾冷却条件为:7000r/min,进风温度16℃,出风温度在30-45℃之间变动,进料温度123℃,进料速度为60L/h,控制冷空气流量200m³/h。采用该雾化条件得到的产品通常为规则的球形颗粒,具有极佳的流动性。

[0027] 运用本方法所得蔗糖脂肪酸酯终产品粒径86%为200~500μm大小不等的颗粒,由于含还原糖极低,纯白色,色泽良好。

[0028] 实施例3

1) 蔗糖为碳酸法机制白砂糖,还原糖含量为0.03%。

[0029] 2) 蔗糖脂肪酸酯的主要反应原料白砂糖和脂肪酸甲酯的配比为1:4,催化剂组成比例为3.5%,整个反应体系应控制在真空状态,真空度保持在0.098 MPa,反应温度控制在123±1℃,反应时间控制在3小时。

[0030] 采用无溶剂法生产的熔融状态的蔗糖脂肪酸酯保持良好的熔融状态,物料温度为123±1℃,保持流动性。

3) 将反应完成的蔗糖脂肪酸酯反应产物高温溶液通入离心雾化器进行冷却喷雾,喷雾冷却条件为:9000r/min,进风温度16℃,出风温度在30-45℃之间变动,进料温度123℃,进料速度为60L/h,控制冷空气流量200m³/h。采用该雾化条件得到的产品通常为规则的球形颗粒,具有较好的流动性。

[0031] 运用本方法所得蔗糖脂肪酸酯终产品粒径92%为100~500μm大小不等的颗粒,由于含还原糖极低,纯白色,色泽良好。

[0032] 本发明所述的催化剂是食品级碳酸钾和/或食品级氢氧化钾。

[0033] 本发明各实施例中,通过雾化器雾化后得到的产品喷洒在冷却造粒塔中,与冷却造粒塔中的冷空气进行热交换后冷却固化得到蔗糖脂肪酸酯颗粒,大部分物料经自然沉降进入造粒塔底部的料仓,少量极细部分物料经过旋风分离器分离后进入料仓。

[0034] 本发明各实施例中,雾化器中的液滴尺度是由离心雾化盘的尺寸以及雾化盘的转速决定的,转速越快,液滴越细。冷却造粒塔的工艺条件一般要求:冷却造粒塔离心盘转速的调节由产品细度要求来决定,产品要求越细,转速越高;冷风量的调节是由进料量决定的,进料量越大则需要的冷风量越大。

[0035] 附表一:雾化器不同转速下得到的蔗糖脂肪酸酯颗粒的粒径分布表。

<div>粒径 (μm)</div> <div>转速 (rpm)</div>	10-100	100-200	200-300	300-400	400-500	500-600
7000		6%	30%	40%	16%	8%
9000	8%	18%	38%	22%	14%	

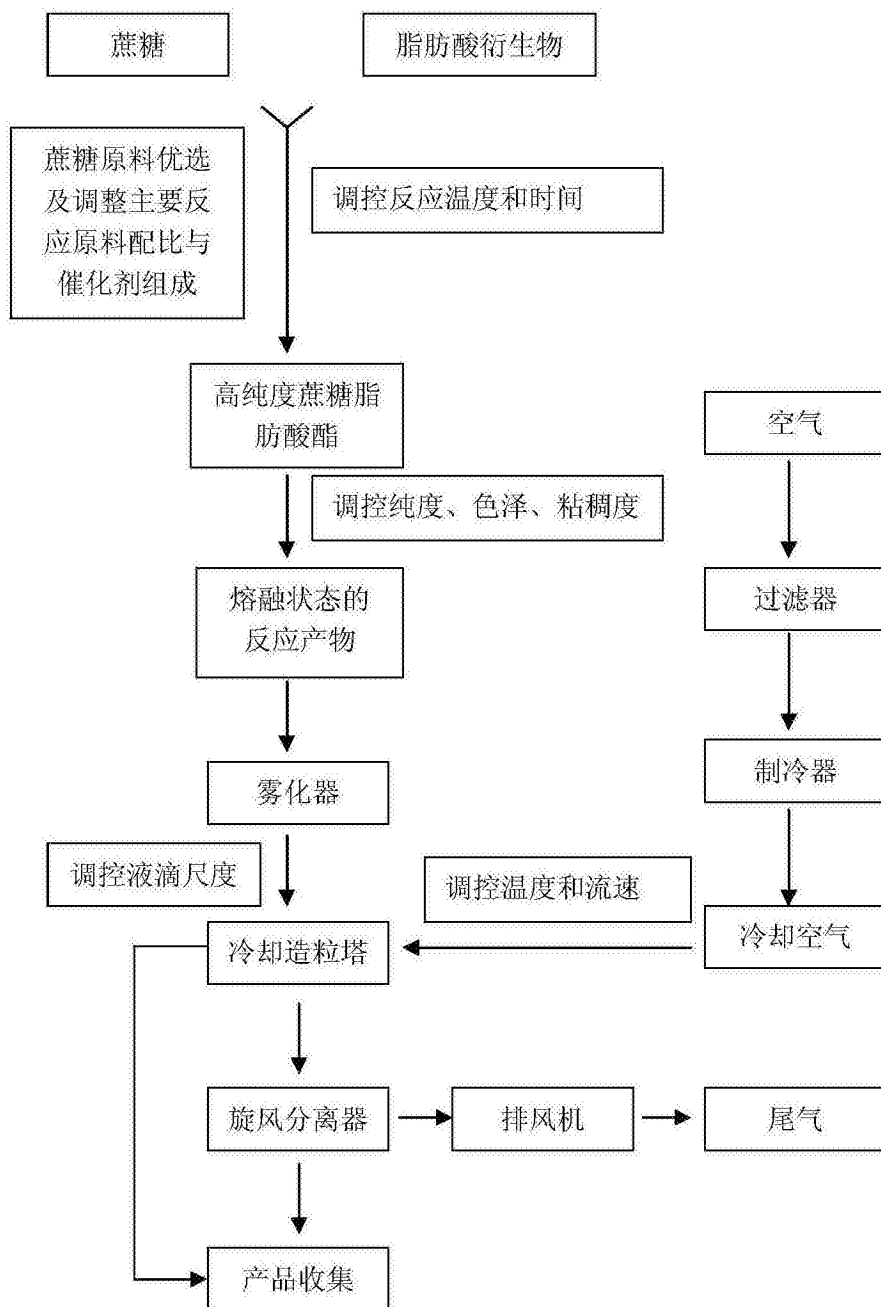


图1

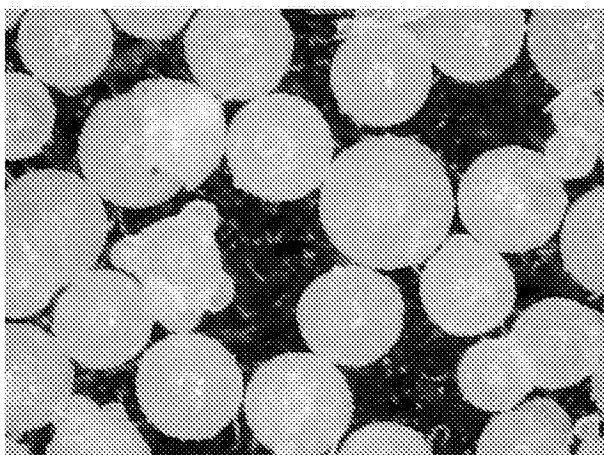


图2

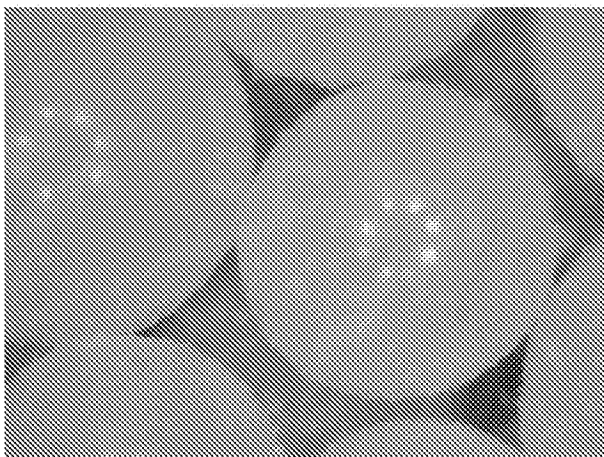


图3



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108067159 A

(43)申请公布日 2018.05.25

(21)申请号 201611014128.9

(22)申请日 2016.11.18

(71)申请人 广西高通食品科技有限公司

地址 545100 广西壮族自治区柳州市柳江县穿山镇高通路5号

(72)发明人 李荫展 李军生 韦盛孙 赵海南
陈君贤

(74)专利代理机构 柳州市荣久专利商标事务所
(普通合伙) 45113

代理人 韦微

(51)Int.Cl.

B01J 2/04(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页 附图2页

(54)发明名称

一种集干燥成型于一体的蔗糖脂肪酸酯颗粒的制备方法

(57)摘要

本发明涉及一种集干燥成型于一体的蔗糖脂肪酸酯颗粒的制备方法,该方法先对蔗糖脂肪酸酯反应产物进行必要的分离纯化,并调制成一定固形物比例的液体,再通过雾化器将其雾化喷洒在冷却塔中,与冷却塔中的空气进行热交换后冷却固化得到蔗糖脂肪酸酯颗粒,最后通过冷冻干燥的方式去除挥发性成分得到颗粒的蔗糖酯产品。与传统蔗糖脂肪酸酯生产工艺完全不同,该方法涉及到的蔗糖脂肪酸酯生产无需先干燥再冷却,最后粉碎,而是在分离纯化之后,集干燥成形于一体,通过喷雾冷冻干燥工艺在全封闭的环境中完成,避免粉尘可能造成的环境污染、产品污染、人体危害等发生,同时极大程度地提高蔗糖脂肪酸酯产品品质。

1. 一种集干燥成型于一体的蔗糖脂肪酸酯颗粒的制备方法,其特征在于:对蔗糖脂肪酸酯反应产物进行分离纯化,得到固含量大于等于85%的蔗糖脂肪酸酯液体,将蔗糖脂肪酸酯液体通过雾化器喷雾冷却得到颗粒状蔗糖脂肪酸酯,然后喷洒在冷却塔中,与冷却塔中的空气进行热交换后固化得到蔗糖脂肪酸酯颗粒成品;

雾化器喷雾冷却的条件为:雾化器的转速为 6000~22000rpm,进风温度15~20℃,出风温度35~45℃,进料温度 55~95℃,进料速度为30~100L/h;

冷却塔中的冷冻过程为:颗粒状蔗糖脂肪酸酯在-40~-50℃维持4~5h 后,在1.2-1.5h内升温至-28~-25℃并维持28~30h;接着在4~5h内升温至-12~-10℃并维持4~5h;再升温至20~23℃并维持5~7h,整个冷冻过程压力维持在0.01~100pa。

2. 根据权利要求1所述的一种集干燥成型于一体的蔗糖脂肪酸酯颗粒的制备方法,其特征在于:冷却塔中的冷冻过程为:颗粒状蔗糖脂肪酸酯在-45℃维持5h后,在1.5h内升温至-25℃并维持30h,接着在5h内升温至-10℃并维持5h,再升温至20℃并维持7h。

3. 根据权利要求1或2所述的一种集干燥成型于一体的蔗糖脂肪酸酯颗粒的制备方法,其特征在于:制备得到的蔗糖脂肪酸酯颗粒成品的粒径为10~500 μ m。

4. 根据权利要求1或2所述的一种集干燥成型于一体的蔗糖脂肪酸酯颗粒的制备方法,其特征在于:雾化器的雾化盘直径为200毫米。

5. 根据权利要求1或2所述的一种集干燥成型于一体的蔗糖脂肪酸酯颗粒的制备方法,其特征在于:所述的分离纯化是按照传统蔗糖脂肪酸酯分离纯化方法进行,所述的传统蔗糖脂肪酸酯分离纯化方法是沉淀法、含水溶剂萃取法和共沉淀法中的一种或是几种方法的组合。

6. 根据权利要求1或2所述的一种集干燥成型于一体的蔗糖脂肪酸酯颗粒的制备方法,其特征在于:所述的分离纯化是分子蒸馏方法、薄层层析方法或液相色谱方法。

一种集干燥成型于一体的蔗糖脂肪酸酯颗粒的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种集干燥成型于一体的蔗糖脂肪酸酯颗粒的制备方法,尤其是一种基于喷雾冷冻干燥技术的蔗糖脂肪酸酯颗粒制备方法。

背景技术

[0002] 目前蔗糖脂肪酸酯合成方法主要有四种,即溶剂法、微乳化法、无溶剂法和酶催化法。蔗糖脂肪酸酯无论通过何种方法生产,蔗糖脂肪酸酯反应产物,要么目标产物含量不高,要么残留大量杂质,甚至残留一些有潜在毒性的杂质。这些杂质使得蔗糖脂肪酸酯反应产物往往不能满足食品、药品、化妆品等领域的苛刻要求,不能直接使用,需要进一步分离纯化,才能扩大蔗糖脂肪酸酯的使用领域和范围。另外,由于蔗糖自身吸潮性能,因此,通常经过分离纯化后,蔗糖脂肪酸酯产物还需干燥,再经粉碎加工才最终成为传统的粉末状蔗糖脂肪酸酯成品。因此,传统无溶剂蔗糖脂肪酸酯生产工艺,特别是后加工工序,严重地影响了蔗糖脂肪酸酯产品外观品质及使用性能。此外,传统机械粉碎工艺还产生大量粉尘而对环境和产品可能造成污染,对直接生产人员的身体健康也可能造成影响。

发明内容

[0003] 本发明要解决的技术问题是:提供一种集干燥成型于一体的蔗糖脂肪酸酯颗粒的制备方法,该方法涉及到的蔗糖脂肪酸酯生产无需先干燥、冷却最后粉碎的工序,而是在分离纯化之后,集干燥成型于一体,通过喷雾冷冻干燥工艺在全封闭的环境中完成,避免粉尘可能造成的环境污染、产品污染、人体危害等发生,同时极大程度地提高蔗糖脂肪酸酯产品品质。

[0004] 解决上述技术问题的技术方案是:一种集干燥成型于一体的蔗糖脂肪酸酯颗粒的制备方法,对蔗糖脂肪酸酯反应产物进行分离纯化,得到固含量大于等于85%的蔗糖脂肪酸酯液体,将蔗糖脂肪酸酯液体通过雾化器喷雾冷却得到颗粒状蔗糖脂肪酸酯,然后喷洒在冷却塔中,与冷却塔中的空气进行热交换后固化得到蔗糖脂肪酸酯颗粒成品;

雾化器喷雾冷却的条件为:雾化器的转速为 6000~22000rpm,进风温度15~20℃,出风温度35~45℃,进料温度 55~95℃,进料速度为30~100L/h;

冷却塔中的冷冻过程为:颗粒状蔗糖脂肪酸酯在-40~-50℃维持4~5h 后,在1.2~1.5h内升温至-28~-25℃并维持28~30h;接着在4~5h内升温至-12~-10℃并维持4~5h;再升温至20~23℃并维持5~7h,整个冷冻过程压力维持在0.01~100pa。

[0005] 本发明的进一步技术方案是:冷却塔中的冷冻过程为:颗粒状蔗糖脂肪酸酯在-45℃维持5h后,在1.5h内升温至-25℃并维持30h,接着在5h内升温至-10℃并维持5h,再升温至20℃并维持7h。

[0006] 制备得到的蔗糖脂肪酸酯颗粒成品的粒径为10~500μm。

[0007] 雾化器的雾化盘直径为200毫米。

[0008] 所述的分离纯化是按照传统蔗糖脂肪酸酯分离纯化方法进行,所述的传统蔗糖脂

肪酸酯分离纯化方法是沉淀法、含水溶剂萃取法和共沉淀法中的一种或是几种方法的组合。

[0009] 所述的分离纯化是分子蒸馏方法、薄层层析方法或液相色谱方法。

[0010] 喷雾式冷冻干燥技术是综合了喷雾干燥和冷冻干燥的优点,不但有效地避免了喷雾干燥和冷冻干燥两者原有的缺点,而且,相对于冷冻干燥技术,喷雾式冷冻干燥技术能耗更低,符合低碳要求,干燥出来的样品呈颗粒状,流动性非常好,不需要再重新粉碎,相对于喷雾干燥,喷雾式冷冻干燥对有效成分的破坏更少,而且不改变生物活性,应用面更广。因此本发明正好利用喷雾冷冻干燥技术对传统蔗糖脂肪酸酯生产工艺进行革命性改进,即,对蔗糖脂肪酸酯反应产物先进行必要的分离纯化之后,再通过喷雾冷冻干燥技术对蔗糖脂肪酸酯进行干燥造粒,改善蔗糖脂肪酸酯产品粒径分布、球形度、流动性、润湿性及溶解性,提高产品品质,同时还可避免粉尘对环境 and 产品可能造成污染,对直接生产人员身体健康可能造成影响。

[0011] 本发明具有的有益效果具体分述如下:

1. 无需先干燥再粉碎,而是在分离纯化之后,集干燥成形于一体,通过喷雾冷冻干燥工艺在全封闭的环境中一次性完成。与传统蔗糖脂肪酸酯生产工艺相比,生产效率和产品品质均得到提升。

[0012] 2. 与传统机械粉碎加工的传统粉末状蔗糖脂肪酸酯相比较,该技术产品具有粒径分布均匀、球形度高、流动性好、不易受潮、润湿性及溶解性高等优点,产品原有的理化特性得以有效保持,产品易于长期保存。

[0013] 3. 由于该技术产品具有优秀的润湿和溶解性能,可以快速分散溶解,因此,可以避免传统粉末蔗糖脂肪酸酯产品使用时难于分散溶解,甚至结团现象发生。

[0014] 4. 蔗糖脂肪酸酯生产无需机械粉碎,避免粉尘可能造成的环境污染、产品污染、人体危害等发生。

附图说明

[0015] 图1:实施例1制备得到的蔗糖脂肪酸酯颗粒的显微镜放大图。

[0016] 图2:实施例2制备得到的蔗糖脂肪酸酯颗粒的显微镜放大图。

[0017] 图3:实施例3制备得到的蔗糖脂肪酸酯颗粒的显微镜放大图。

具体实施方式

[0018] 实施例1

1) 采用共沉淀法对蔗糖脂肪酸酯反应产物进行分离纯化之后得到精制蔗糖脂肪酸酯溶液,固含量85%,90℃流动状况良好。

[0019] 2) 将所得蔗糖脂肪酸酯溶液泵入离心雾化器中进行喷雾冷却,喷雾冷却条件为:雾化器的转速为 6000rpm,进风温度15℃,出风温度40℃,进料温度 90℃,进料速度为50L/h,冷空气流量1000立方米/小时。

[0020] 得到的产品粒径范围在200~500μm 之间,且为规则的球形颗粒,具有良好的流动性。

[0021] 3) 颗粒物料移送至冷冻室,冷冻室的温度为-40℃,维持5h 后,在1.5h内升温至-

28℃并维持30h;接着在5h内升温至-12℃并维持5h;再升温至23~20℃并维持7h,冷冻过程压力保持0.01~1.0Pa,即可制得蔗糖脂肪酸酯颗粒。

[0022] 运用本方法所得蔗糖脂肪酸酯颗粒的粒度大小86%分布在200~500μm之间,水分含量0.5%。

[0023] 实施例2

1) 采用含水溶剂萃取法对蔗糖脂肪酸酯反应产物进行分离纯化之后得到精制蔗糖脂肪酸酯,固含量85%,90℃流动状况良好。

[0024] 2) 将所述蔗糖脂肪酸酯溶液泵入离心雾化器中进行冷却喷雾,喷雾条件为:雾化器的转速为9000rpm,进风温度15℃,出风温度40℃,进料温度 90℃,进料速度为50L/h,冷空气流量1000立方米/小时。

[0025] 得到的产品粒径范围在100~400μm 之间,且为规则的球形颗粒,具有良好的流动性。

[0026] 3) 颗粒物料移送至冷冻室,冷冻室的温度为-40℃,维持5h 后,在1.5h内升温至-28℃并维持30h;接着在5h内升温至-12℃并维持5h;再升温至23~20℃并维持7h,冷冻过程压力保持0.01~1.0Pa,即可制得蔗糖脂肪酸酯颗粒。

[0027] 运用本方法所得蔗糖脂肪酸酯颗粒的粒度大小78%分布在100~400μm之间,水分含量0.5%。

[0028] 实施例3

1) 采用含水溶剂萃取法对蔗糖脂肪酸酯反应产物进行分离纯化之后得到精制蔗糖脂肪酸酯。固含量85%,90℃流动状况良好。

[0029] 2) 将所述蔗糖脂肪酸酯溶液泵入离心雾化器中进行冷却喷雾,喷雾条件为:雾化器的转速为 20000rpm,进风温度15℃,出风温度40℃,进料温度 90℃,进料速度为30L/h。冷空气流量1000立方米/小时。

[0030] 得到的产品粒径范围在10~200μm 之间,且为规则的球形颗粒,具有良好的流动性。

[0031] 3) 颗粒物料移送至冷冻室,冷冻室的温度为-40℃,维持5h 后,在1.5h内升温至-28℃并维持30h;接着在5h内升温至-12℃并维持5h;再升温至23~20℃并维持7h,整个冷冻过程压力0.01~1.0Pa,即可制得蔗糖脂肪酸酯颗粒。

[0032] 运用本方法所得蔗糖脂肪酸酯颗粒的粒度91%范围在10~200μm之间,水分含量0.8%。

[0033] 本发明各实施例所用的雾化器的雾化盘直径为200毫米。

[0034] 本发明所述的分离纯化方法,除了采用含水溶剂萃取法、共沉淀法外,还可以采用沉淀法,或是含水溶剂萃取法、共沉淀法、沉淀法中的几种方法的组合。

[0035] 本发明所述的分离纯化方法,还可以是分子蒸馏方法、薄层层析方法或液相色谱方法。

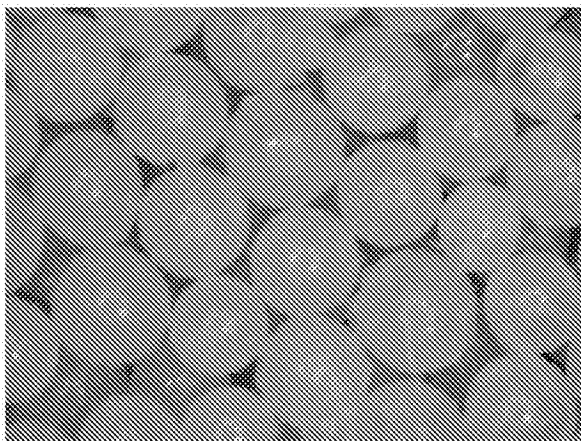


图1

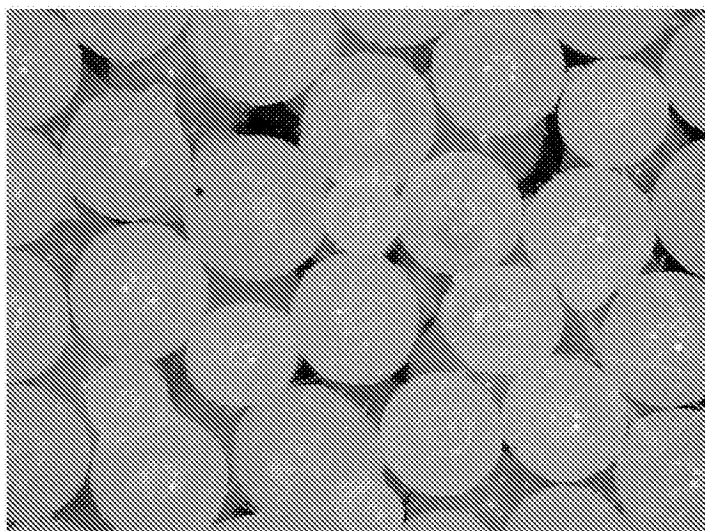


图2

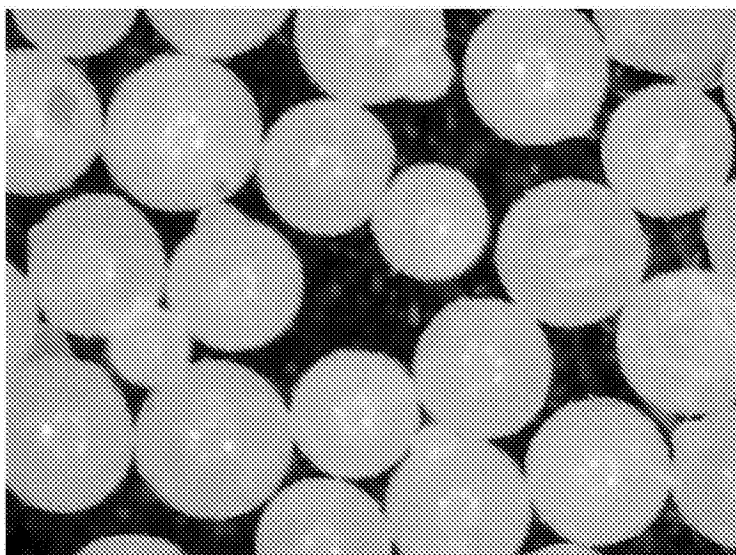


图3



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103087118 B

(45) 授权公告日 2016.03.16

(21) 申请号 201310063491.X

CN 1995053 A, 2007.07.11,

(22) 申请日 2013.02.28

US 4104464 A, 1978.08.01,

(73) 专利权人 广西高通食品科技有限公司

EP 0448996 B1, 1998.08.19,

地址 545107 广西壮族自治区柳州市柳江县
穿山镇高通路5号

CN 1654469 A, 2005.08.17,

审查员 郭冰洁

(72) 发明人 韦盛孙 李荫展 覃仲尧 赵海南
叶丽 谭恒 朱泳宏

(74) 专利代理机构 柳州市荣久专利商标事务所
(普通合伙) 45113

代理人 韦微

(51) Int. Cl.

C07H 13/06(2006.01)

C07H 1/06(2006.01)

(56) 对比文件

US 3748324 A, 1973.07.24,

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

一种蔗糖脂肪酸酯的提纯方法

(57) 摘要

本发明涉及一种蔗糖脂肪酸酯的提纯方法。该方法是将蔗糖酯粗品溶解在能与水分离的有机溶剂中,得到蔗糖酯粗品溶液,在搅拌下滴加溶有碱土金属盐和/或碱土金属氧化物的盐类水溶液,使蔗糖酯粗品溶液中的脂肪酸皂类物质生成不溶于有机溶剂的脂肪酸碱土金属盐,然后除去生成的固体物脂肪酸碱土金属盐,再加入盐水进行搅拌萃取,静置分离下层水层,上清液在搅拌下冷却至0℃-40℃,蔗糖酯结晶物以沉淀的形式析出,除去液体取固体物质,干燥后得到蔗糖酯产品。本发明引入了冷却结晶的工艺过程,去除了未反应原料如脂肪酸甲酯等在产品中的残留的问题,进一步提高了产品的含量等级,产品中总酯含量达到98%以上。

1. 一种蔗糖脂肪酸酯的提纯方法,其特征在于:包括以下步骤:

(1) 将蔗糖酯粗品溶解在能与水分离的有机溶剂中,得到蔗糖酯粗品溶液;

(2) 蔗糖酯粗品溶液在 30℃ -110℃ 搅拌下滴加溶有氯化钙或溶有氯化钙和氧化钙的混合物的质量百分浓度 3%-20% 的盐类水溶液,在 30℃ -110℃ 搅拌反应 20-30min,生成固体物脂肪酸碱土金属盐;所述的氯化钙的用量为蔗糖酯粗品质量的 3-7%,氧化钙的用量为蔗糖酯粗品质量的 1-2%,所述的盐类水溶液的加入量为蔗糖酯粗品质量 20%-50%;

(3) 除去生成的固体物脂肪酸碱土金属盐;

(4) 在 30℃ -110℃ 向除去固体物脂肪酸碱土金属盐的溶液中加入质量百分浓度 3%-20% 的盐水,在 30℃ -110℃ 搅拌萃取 10-20min,静置分离下层水层,取上清液;所述的盐水用量为蔗糖酯粗品质量的 0.5-2 倍;

(5) 上清液在搅拌下冷却使温度降低 20-70℃ 后达到结晶温度 0℃ -40℃,得到蔗糖酯结晶物;

(6) 除去液体取固体物质,干燥后得到蔗糖酯产品;

步骤(1)中所述的有机溶剂是乙酸乙酯、丁酮或正丁醇,有机溶剂的用量按 100g 蔗糖酯粗品加入 400ml 有机溶剂计;

所述的盐类水溶液中的盐类物质是氯化钠或氯化钾;

步骤(4)中所述的盐水是氯化钠水溶液或氯化钾水溶液。

2. 根据权利要求1所述的一种蔗糖脂肪酸酯的提纯方法,其特征在于:步骤(3)中所述除去生成的固体物脂肪酸碱土金属盐是采用离心、沉淀或过滤的方法;步骤(6)中所述除去液体是采用离心、沉淀或过滤的方法。

3. 根据权利要求1或2所述的一种蔗糖脂肪酸酯的提纯方法,其特征在于:步骤(2)中所述加入的盐类水溶液的质量百分浓度为 5-10%;步骤(4)中所述加入的盐水的质量百分浓度为 5-10%。

一种蔗糖脂肪酸酯的提纯方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种蔗糖脂肪酸酯的提纯方法。

背景技术

[0002] 蔗糖脂肪酸酯又名蔗糖酯（简称SE），系以蔗糖为原料，与C9~C22脂肪酸在适当体系内进行酯化反应而生成的酯，它对水和油有良好的乳化作用，HLB值（亲水亲油平衡值）能在宽范围内进行调节。作为一种优良的非离子表面活性剂，广泛应用于食品、制药、日化等众多领域，具有广阔的发展前景。

[0003] 目前合成蔗糖酯的工业化方法大多是采用酯交换法，酯交换法分为溶剂法和无溶剂法，这两种方法生产得到的蔗糖酯产品含有较多的其他物质，如未反应的游离糖、皂体、脂肪酸、脂肪酸甲酯或催化剂等杂质，产品的纯度不高。专利号CN 200510006011.1的发明专利，公开了一种蔗糖脂肪酸酯的提纯方法，该方法适用于酯交换法生产得到的蔗糖酯粗品的提纯，但是经该方法纯化后得到的蔗糖酯产品，总酯含量最高仅为94%，总酯含量还是较低，不能满足用户对产品纯度的更高要求。

发明内容

[0004] 本发明要解决的技术问题是：提供一种产品中总酯含量达到98%以上，提高了产品的纯度的蔗糖脂肪酸酯的提纯方法，该方法简化了生产工艺，更利于工业化生产。

[0005] 解决上述技术问题的技术方案是：一种蔗糖脂肪酸酯的提纯方法，包括以下步骤：

[0006] （1）将蔗糖酯粗品溶解在能与水分离的有机溶剂中，得到蔗糖酯粗品溶液；

[0007] （2）蔗糖酯粗品溶液在30℃-110℃搅拌下滴加溶有碱土金属盐和/或碱土金属氧化物的质量百分浓度3%-20%的盐类水溶液，在30℃-110℃搅拌反应20-30min，使蔗糖酯粗品溶液中的脂肪酸及其皂类物质生成不溶于该有机溶剂的固体物脂肪酸碱土金属盐；所述的碱土金属盐的用量为蔗糖酯粗品质量的3-7%，碱土金属氧化物的用量为蔗糖酯粗品质量的1-2%，所述的盐类水溶液的加入量为蔗糖酯粗品质量20%-50%；

[0008] （3）除去生成的固体物脂肪酸碱土金属盐；

[0009] （4）在30℃-110℃向除去固体物脂肪酸碱土金属盐的溶液中加入质量百分浓度3%-20%的盐水，在30℃-110℃搅拌萃取10-20min，静置分离下层水层，取上清液；所述的盐水用量为蔗糖酯粗品质量的0.5-2倍；

[0010] （5）上清液在搅拌下冷却使温度降低20-70℃后达到结晶温度0℃-40℃，得到蔗糖酯结晶物以沉淀的形式析出；

[0011] （6）除去液体取固体物质，干燥后得到蔗糖酯产品。

[0012] 步骤（1）中所述的有机溶剂是乙酸乙酯、甲醇、乙醇、甲苯、丁酮、正丁醇、氯仿或正己烷。

[0013] 步骤（2）中所述的碱土金属盐是氯化钙或/和氯化镁或/和氯化钡；所述的碱土

金属氧化物是氧化钙或 / 和氧化镁或 / 和氧化钡 ;所述的盐类水溶液中的盐类物质是氯化钠、氯化钾、硫酸钠或硫酸钾。

[0014] 步骤(4)中所述的盐水是氯化钠水溶液、氯化钾水溶液、硫酸钠水溶液或硫酸钾水溶液。

[0015] 步骤(3)中所述除去生成的固体物脂肪酸碱土金属盐是采用离心、沉淀或过滤的方法 ;步骤(6)中所述除去液体是采用离心、沉淀或过滤的方法。

[0016] 本发明的进一步技术方案是 :步骤(2)中所述加入的盐类水溶液的质量百分浓度为 5-10% ;步骤(4)中所述加入的盐水的质量百分浓度为 5-10%。

[0017] 步骤(1)中所述加入的有机溶剂的量为蔗糖酯粗品质量的 2-7 倍。

[0018] 由于采用上述技术方案,本发明具有以下有益效果 :

[0019] 1、本发明采用新的工艺过程,在脂肪酸被酸化分解之前即行除去,解决了现有技术中酸化后脂肪酸去除不彻底造成的酸值容易偏高的问题。

[0020] 2、本发明引入了冷却结晶的工艺过程,去除了未反应原料如脂肪酸甲酯等在产品中的残留的问题,进一步提高了产品的含量等级。本发明制备得到的产品中总酯含量达到 98% 以上,提高了产品的纯度。

[0021] 3、本发明还简化了生产工艺,更利于工业化生产。

[0022] 下面,结合实施例对本发明之一种蔗糖脂肪酸酯的提纯方法的技术特征作进一步的说明。

具体实施方式

[0023] 本发明实施例 1-4 中采用的蔗糖酯粗品是由无溶剂酯交换法合成的蔗糖酯工业化产品 A,其粗品的组分如下 :

[0024]	组分	含量(%)
[0025]	蔗糖酯	55.1
[0026]	未反应游离糖	21
[0027]	皂体	15.1
[0028]	脂肪酸	2.8
[0029]	脂肪酸甲酯	3.6
[0030]	催化剂等杂质	2.4

[0031] 蔗糖酯内单酯含量为 60.2%,双酯 23.7%、多酯 16.1%。

[0032] 实施例 1 :

[0033] 取 100 克上述蔗糖酯粗品 A,加入 400ml 乙酸乙酯(C、p)升温至 65℃,在搅拌下滴加溶有 5 克无水氯化钙的质量百分浓度 5% 的 NaCl 水溶液 30g,混合物在 65℃搅拌 25 分钟,过滤除去沉淀物。在 60℃下加入质量百分浓度 5% 氯化钠水溶液 100g,在 60℃搅拌 15 分钟,静置分去下部水层。取有机相上清液搅拌下冷却至 10℃,真空抽滤除去液体物质,滤饼减压蒸干,得到纯化的蔗糖酯样品 53.2 克。其总酯含量为 98.2%、酸值 0.82 mgKOH/g、游离糖 0.47%,灰分 0.28%。样品单酯含量为 56.8%。

[0034] 实施例 2 :

[0035] 取 100 克上述蔗糖酯粗品 A,加入 400ml 乙酸乙酯(C、p)升温至 65℃,在搅拌下滴

加溶有 5 克无水氯化钙的质量百分浓度 5%NaCl 水溶液 30g, 混合物在 65℃搅拌 25 分钟, 过滤除去沉淀物。在 60℃下加入质量百分浓度 5%氯化钠水溶液 100g, 在 60℃搅拌 15 分钟, 静置分去下部水层。取有机相上清液搅拌下冷却至 20℃, 真空抽滤, 滤饼减压蒸干, 得到纯化的蔗糖酯样品 50.5 克。其总酯含量为 98.4%、酸值 0.84 mgKOH/g、游离糖 0.49%, 灰分 0.28%。样品单酯含量为 59.4%。

[0036] 实施例 3:

[0037] 取 100 克上述蔗糖酯粗品 A, 加入 400ml 乙酸乙酯(C,p)升温至 65℃, 在搅拌下滴加溶有 5 克无水氯化钙的质量百分浓度 5%NaCl 水溶液 30g, 混合物在 65℃搅拌 25 分钟, 过滤除去沉淀物。在 60℃下加入质量百分浓度 5%氯化钠水溶液 100g, 在 60℃搅拌 15 分钟, 静置分去下部水层。取有机相上清液搅拌下冷却至 40℃, 真空抽滤, 滤饼减压蒸干, 得到纯化的蔗糖酯样品 42 克。其总酯含量为 98.8%、酸值 0.82 mgKOH/g、游离糖 0.45%, 灰分 0.32%。样品单酯含量为 71.4%。

[0038] 实施例 4:

[0039] 取 100 克上述蔗糖酯粗品 A, 加入 400ml 乙酸乙酯(C,p)升温至 65℃, 在搅拌下滴加溶有 5 克无水氯化钙和氧化钙的混合物(氯化钙:氧化钙=4:1 W/W)的质量百分浓度 10%氯化钾水溶液 50g, 混合物在 65℃搅拌 25 分钟, 过滤除去沉淀物。在 65℃下加入质量百分浓度 10%氯化钾水溶液 100g, 在 65℃搅拌 15 分钟, 静置分去下部水层。取有机相上清液搅拌下冷却至 20℃, 真空抽滤, 滤饼减压蒸干, 得到纯化的蔗糖酯样品 47 克。其总酯含量为 98.4%、酸值 0.42 mgKOH/g、游离糖 0.39%, 灰分 0.25%。样品单酯含量为 58.6%。

[0040] 本发明实施例 5-7 中采用的蔗糖酯粗品是由无溶剂酯交换法合成的蔗糖酯工业化产品 B, 其粗品的组分如下:

[0041]	组分	含量(%)
[0042]	蔗糖酯	68.9
[0043]	未反应游离糖	13.3
[0044]	皂体	10.5
[0045]	脂肪酸	3.1
[0046]	脂肪酸甲酯	2.2
[0047]	催化剂等杂质	2.0

[0048] 蔗糖酯内单酯含量为 22%, 双酯 35%、多酯 43%。

[0049] 实施例 5:

[0050] 取 100 克上述蔗糖酯粗品 B, 加入 400ml 正丁醇(C,p)升温至 50℃, 在搅拌下滴加溶有 5 克无水氯化钙和氧化钙的混合物(氯化钙:氧化钙=4:1 W/W)的质量百分浓度 3%氯化钾水溶液 50g, 混合物在 50℃搅拌 25 分钟, 过滤除去沉淀物。在 50℃下加入质量百分浓度 3%氯化钾水溶液 50g, 在 50℃搅拌 15 分钟, 静置分去下部水层。取有机相上清液搅拌下冷却至 0℃, 真空抽滤, 滤饼减压蒸干, 得到纯化的蔗糖酯样品 51 克。其总酯含量为 98.1%、酸值 0.61 mgKOH/g、游离糖 0.36%, 灰分 0.44%。样品单酯含量为 19.6%。

[0051] 实施例 6:

[0052] 取 100 克上述蔗糖酯粗品 B, 加入 400ml 乙酸乙酯(C,p)升温至 65℃, 在搅拌下滴加溶有 5 克无水氯化镁和氧化钙的混合物(氯化镁:氧化钙=4:1 W/W)的质量百分浓度 10%

氯化钠水溶液 50g, 混合物在 65℃ 搅拌 40 分钟, 过滤除去沉淀物。在 65℃ 下加入质量百分浓度 10% 氯化钾水溶液 100g, 在 65℃ 搅拌 25 分钟, 静置分去下部水层。取有机相上清液搅拌下冷却至 10℃, 真空抽滤, 滤饼减压蒸干, 得到纯化的蔗糖酯样品 53 克。其总酯含量为 98.8%、酸值 0.36mgKOH/g、游离糖 0.39%, 灰分 0.25%。样品单酯含量为 22%。

[0053] 实施例 7:

[0054] 取 100 克上述蔗糖酯粗品 B, 加入 400ml 丁酮(C、p)升温至 55℃, 在搅拌下滴加溶有 7 克无水氯化钙和氧化钙的混合物(氯化钙:氧化钙=4:1 W/W)的质量百分浓度 8% 氯化钠水溶液 50g, 混合物在 55℃ 搅拌 25 分钟, 过滤除去沉淀物。在 55℃ 下加入质量百分浓度 8% 氯化钠水溶液 100g, 在 55℃ 搅拌 20 分钟, 静置分去下部水层。取有机相上清液搅拌下冷却至 10℃, 真空抽滤, 滤饼减压蒸干, 得到纯化的蔗糖酯样品 49 克。其总酯含量为 98.8%、酸值 0.41 mgKOH/g、游离糖 0.21%, 灰分 0.15%。样品单酯含量为 20.4%。

[0055] 本发明各实施例中加入的有机溶剂可以是乙酸乙酯、甲醇、乙醇、甲苯、丁酮、正丁醇、氯仿或正己烷; 加入的碱土金属盐可以是氯化钙或 / 和氯化镁或 / 和氯化钡(钡盐有毒, 故优选为氯化钙或 / 和氯化镁); 加入的碱土金属氧化物是氧化钙或 / 和氧化镁或 / 和氧化钡(钡氧化物有毒, 故优选为氧化钙或 / 和氧化镁); 所述的盐水中的盐类物质可以是氯化钠、氯化钾、硫酸钠或硫酸钾。