



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103360434 B

(45) 授权公告日 2016. 05. 04

(21) 申请号 201310321840. 3

李延科等. 高单酯含量蔗糖酯的无溶剂制

(22) 申请日 2013. 07. 29

备. 《现代化工》. 2003, 第 23 卷 40-42.

(73) 专利权人 柳州爱格富食品科技股份有限公司

审查员 张慧慧

地址 545616 广西壮族自治区柳州市柳东新区官塘工业园(高新区)

(72) 发明人 金琼 常志东 吴国勇

(74) 专利代理机构 柳州市集智专利商标事务所
45102

代理人 黄有斯

(51) Int. Cl.

C07H 13/06(2006. 01)

C07H 1/00(2006. 01)

(56) 对比文件

US 3558597 A, 1971. 01. 26,

EP 0448996 A1, 1991. 03. 06,

CN 102827213 A, 2012. 12. 19,

CN 103087118 A, 2013. 05. 08,

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

蔗糖酯的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种蔗糖酯的制备方法, 包括以下步骤: (1) 分别将碱土金属氧化物和催化剂灼烧, 冷却备用; (2) 将脂肪酸甲酯加热融化, 加入灼烧后的碱土金属氧化物搅拌过滤; (3) 将步骤(2) 过滤后的脂肪酸甲酯、蔗糖和灼烧后的催化剂置于反应容器中, 充分混匀, 在油浴中搅拌反应; (4) 将步骤(3) 所得产物用溶剂进行多次洗涤, 真空干燥后即得本蔗糖酯. 本发明简单易行、反应均匀、转化率高, 得到的蔗糖酯产品色泽好, 单酯含量高, 乳化性能好, 适用于工业化生产。

1. 一种蔗糖酯的制备方法,其特征在于包括以下步骤:

(1)分别将氧化钙和催化剂在700℃~900℃灼烧2~4小时,冷却备用;

(2)将硬脂酸甲酯加热融化,加入步骤(1)灼烧后的所述氧化钙搅拌,搅拌后过滤;

(3)将步骤(2)过滤后的所述硬脂酸甲酯、蔗糖和步骤(1)灼烧后的所述催化剂置于反应容器中,充分混匀,在油浴中搅拌反应1~3小时,反应过程中温度为120℃~150℃,搅拌转速为800 rpm~1000rpm,压力为0.005 MPa~0.020MPa;

(4)将步骤(3)所得产物用溶剂进行多次洗涤,真空干燥后即得本蔗糖酯;

所述催化剂为氢氧化钠、氢氧化钾中的一种,所述催化剂的用量是所述的硬脂酸甲酯质量的4%~8%;所述硬脂酸甲酯与蔗糖的摩尔比是3:1;所述的氧化钙用量是所述硬脂酸甲酯质量的10%~14%;所述溶剂是丁酮、水的一种。

蔗糖酯的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种非离子型表面活性剂技术领域种,尤其是一种蔗糖酯的制备方法。

背景技术

[0002] 蔗糖脂肪酸酯简称蔗糖酯(SE),以蔗糖的羟基部分作为亲水基团,以脂肪酸的碳链部分作为疏水基团,是一种非离子型的绿色表面活性剂。作为以天然可再生资源为原料生产的蔗糖脂肪酸酯,由于安全、无毒、无刺激、无污染、可生物降解等特点,广泛应用于食品、药品、化妆品等行业中。

[0003] 蔗糖酯的最早合成,可以追溯到19世纪。最初是在有毒溶剂的存在下,将蔗糖与脂肪酸酯直接进行酯化反应。由于酯化反应是可逆反应,其反应过程一般比较缓慢,副反应复杂。为了强化羰基碳的正电性,Kea等提出用脂肪酸酰氯代替脂肪酸,得到了单酯含量高的蔗糖酯,但酰氯有毒,限制了蔗糖酯的广泛应用(US:4683299)。于是人们提出了酯交换法,以DMSO或DMF为溶剂,使蔗糖与脂肪酸酯溶为一相,再进行酯交换反应。但是溶剂法带来了溶剂残留问题,不能达到食品、化妆品、药品等行业标准。

[0004] Feuge等提出了一种无溶剂合成蔗糖酯的方法(Preparation of sucrose ester by intersterification, J Am Chem Soc, 1970)。根据这种方法,蔗糖必须在熔融状态下与脂肪酸酯发生酯交换反应,因此反应要在170~190℃的温度下进行。在如此高的温度下,蔗糖很不稳定,极易焦化结块,反应通常在2~20分钟就不得不停止。

[0005] 蔗糖是由葡萄糖和果糖组合而成,加热到一定温度,蔗糖容易脱水。而在蔗糖酯的合成体系中,如果有水存在,蔗糖极易分解成葡萄糖和果糖,葡萄糖和果糖的热稳定性比蔗糖低,容易在较低温度下发生焦糖化反应,造成产品结焦成块,影响产品质量。

发明内容

[0006] 本发明的目的是提供一种蔗糖酯的制备方法,该方法是在严格的无水条件下进行的,可以解决蔗糖在有水的情况下极易分解成葡萄糖和果糖,葡萄糖和果糖的热稳定性比蔗糖低,容易在较低温度下发生焦糖化反应,造成产品结焦成块,影响产品质量的问题。

[0007] 为了达到上述目的,本发明采用的技术方案是:一种蔗糖酯的制备方法,包括以下步骤:

[0008] (1)分别将碱土金属氧化物和催化剂在700℃~900℃灼烧2~4小时,冷却备用;

[0009] (2)将脂肪酸甲酯加热融化,加入步骤(1)灼烧后的所述碱土金属氧化物搅拌,搅拌后过滤;

[0010] (3)将步骤(2)过滤后的所述脂肪酸甲酯、蔗糖和步骤(1)灼烧后的所述催化剂置于反应容器中,充分混匀,在油浴中搅拌反应1~3小时,反应过程中温度为120℃~150℃,搅拌转速为800 rpm~1000rpm,压力为0.005 MPa~0.020MPa;

[0011] (4)将步骤(3)所得产物用溶剂进行多次洗涤,真空干燥后即得本蔗糖酯;

[0012] 所述催化剂为氢氧化钠、氢氧化钾中的一种,所述催化剂的用量是所述的脂肪酸甲酯质量的4%~8%;所述脂肪酸甲酯是硬脂酸甲酯,所述脂肪酸甲酯与蔗糖的摩尔比是3:1;所述碱土金属氧化物是氧化钙,所述碱土金属氧化物用量是所述脂肪酸甲酯质量的10%~14%;所述溶剂是丁酮、水的一种。

[0013] 由于采用了上述技术方案,本发明与现有技术相比具有如下有益效果:

[0014] 1、通过在严格的无水条件下进行蔗糖与脂肪酸甲酯的酯交换反应得到蔗糖酯,能够有效防止焦糖化反应的发生,具有反应均匀、转化率高、产品质量好等特点。

[0015] 2、操作简单易行、反应均匀,比一般无溶剂法合成的产率高,单酯含量高,乳化性能好,对环境友好,减少能源,降低成本,利于工业化生产。

具体实施方式

[0016] 下面结合实施例对本发明作进一步详述:

[0017] 实施例1

[0018] 分别将氧化钙和氢氧化钠在700℃灼烧2小时,冷却备用;将硬脂酸甲酯加热融化,加入步骤(1)灼烧后的所述氧化钙搅拌,搅拌后过滤;步骤(2)过滤后的所述硬脂酸甲酯、蔗糖和步骤(1)灼烧后的所述氢氧化钠置于反应容器中,充分混匀,在油浴中搅拌反应1小时,反应过程中温度为120℃,搅拌转速为800rpm,压力为0.005 MPa;将步骤(3)所得产物用丁酮进行多次洗涤,真空干燥后即得本蔗糖酯,产率为74.1%。

[0019] 所述氢氧化钠的用量是所述硬脂酸甲酯质量的4%;所述硬脂酸甲酯与蔗糖的摩尔比是3:1;所述氧化钙的用量是所述硬脂酸甲酯质量的10%。

[0020] 实施例2

[0021] 分别将氧化钙和氢氧化钠在800℃灼烧3小时,冷却备用;将硬脂酸甲酯加热融化,加入步骤(1)灼烧后的所述氧化钙搅拌,搅拌后过滤;步骤(2)过滤后的所述硬脂酸甲酯、蔗糖和步骤(1)灼烧后的所述氢氧化钠置于反应容器中,充分混匀,在油浴中搅拌反应2小时,反应过程中温度为130℃,搅拌转速为900rpm,压力为0.010 MPa;将步骤(3)所得产物用丁酮进行多次洗涤,真空干燥后即得本蔗糖酯,产率为75.4%。

[0022] 所述氢氧化钠的用量是所述硬脂酸甲酯质量的6%;所述硬脂酸甲酯与蔗糖的摩尔比是3:1;所述氧化钙的用量是所述硬脂酸甲酯质量的12%。

[0023] 实施例3

[0024] 分别将氧化钙和氢氧化钠在900℃灼烧4小时,冷却备用;将硬脂酸甲酯加热融化,加入步骤(1)灼烧后的所述氧化钙搅拌,搅拌后过滤;步骤(2)过滤后的所述硬脂酸甲酯、蔗糖和步骤(1)灼烧后的所述氢氧化钠置于反应容器中,充分混匀,在油浴中搅拌反应3小时,反应过程中温度为150℃,搅拌转速为1000rpm,压力为0.020 MPa;将步骤(3)所得产物用丁酮进行多次洗涤,真空干燥后即得本蔗糖酯,产率为76.9%。

[0025] 所述氢氧化钠的用量是所述硬脂酸甲酯质量的8%;所述硬脂酸甲酯与蔗糖的摩尔比是3:1;所述氧化钙的用量是所述硬脂酸甲酯质量的14%。

[0026] 实施例4

[0027] 分别将氧化钙和氢氧化钾在700℃灼烧2小时,冷却备用;将硬脂酸甲酯加热融化,加入步骤(1)灼烧后的所述氧化钙搅拌,搅拌后过滤;步骤(2)过滤后的所述硬脂酸甲酯、蔗

糖和步骤(1)灼烧后的所述氢氧化钾置于反应容器中,充分混匀,在油浴中搅拌反应1小时,反应过程中温度为120°C,搅拌转速为800rpm,压力为0.005 MPa;将步骤(3)所得产物用丁酮进行多次洗涤,真空干燥后即得本蔗糖酯,产率为75.2%。

[0028] 所述氢氧化钾的用量是所述硬脂酸甲酯质量的4%;所述硬脂酸甲酯与蔗糖的摩尔比是3:1;所述氧化钙的用量是所述硬脂酸甲酯质量的10%。

[0029] 实施例5

[0030] 分别将氧化钙和氢氧化钾在800°C灼烧3小时,冷却备用;将硬脂酸甲酯加热融化,加入步骤(1)灼烧后的所述氧化钙搅拌,搅拌后过滤;步骤(2)过滤后的所述硬脂酸甲酯、蔗糖和步骤(1)灼烧后的所述氢氧化钾置于反应容器中,充分混匀,在油浴中搅拌反应2小时,反应过程中温度为130°C,搅拌转速为900rpm,压力为0.010 MPa;将步骤(3)所得产物用丁酮进行多次洗涤,真空干燥后即得本蔗糖酯,产率为74.9%。

[0031] 所述氢氧化钾的用量是所述硬脂酸甲酯质量的6%;所述硬脂酸甲酯与蔗糖的摩尔比是3:1;所述氧化钙的用量是所述硬脂酸甲酯质量的12%。

[0032] 实施例6

[0033] 分别将氧化钙和氢氧化钾在900°C灼烧4小时,冷却备用;将硬脂酸甲酯加热融化,加入步骤(1)灼烧后的所述氧化钙搅拌,搅拌后过滤;步骤(2)过滤后的所述硬脂酸甲酯、蔗糖和步骤(1)灼烧后的所述氢氧化钾置于反应容器中,充分混匀,在油浴中搅拌反应3小时,反应过程中温度为150°C,搅拌转速为1000rpm,压力为0.020 MPa;将步骤(3)所得产物用水进行多次洗涤,真空干燥后即得本蔗糖酯,产率为76.5%。

[0034] 所述氢氧化钾的用量是所述的脂肪酸甲酯质量的8%;所述脂肪酸甲酯与蔗糖的摩尔比是3:1;所述氧化钙的用量是所述脂肪酸甲酯质量的14%。

[0035] 上述实施例中制得的蔗糖酯产品,我们考察了其溶解性能。具体步骤为:取6支试管,分别标记为1、2、3、4、5、6,分别加入4ml水、正丁醇、乙酸乙酯、乙醇、正丁烷,再分别加入等质量的蔗糖酯,在25°C的水浴上加热,观察溶解情况。再在40°C的水浴上加热,观察溶解情况。结果如表1所示,产物在极性溶剂中溶解性大;在非极性溶剂中溶解性差。根据相似相容原理,表明合成的蔗糖酯的极性较大,即分子中羟基的含量较高,这结果表明了产物的高单酯率。

[0036] 表1 蔗糖酯的溶解性

[0037]

溶剂	水	正丁醇	乙酸乙酯	乙醇	正己烷
25°C	±	+	±	+	-
40°C	+	+	±	+	-

[0038] ±:部分溶解;+:易溶;-:不溶

[0039] 上述实施例中制得的蔗糖酯产品,我们考察了其乳化性能。具体步骤为:取40ml制得的蔗糖酯,用蒸馏水配成0.15%的水溶液和40ml液体石蜡于100ml具塞量筒中,上下摇动5次,停放1min后再上下摇动5次,然后将乳液倒入另一个具塞量筒中,开启秒表记录乳液分

出油、水共10ml时所需的时间。本发明制备的蔗糖酯通过上述方法测定出所需时间约为：3.5~4.2min。

[0040] 上述实施例中制得的蔗糖酯产品，我们测定了其亲水亲油平衡值(HLB)。根据亲水亲油平衡值原理和亲水亲油平衡值的加和性特点，利用已知HLB值的非离子表面活性剂与水数的关系(水数法)求得蔗糖酯的HLB值。具体步骤为：用Tween80和Span85按质量比配成各种HLB值的混合物(100%Tween80的HLB值为15；100% Spans85 的HLB值为1.8；100% Tween40的HLB值为15.6)。分别称取各种HLB值的混合物0.5g于50ml比色管中，加入N,N-二甲基甲酰胺苯混合液25ml，振摇溶解，控制温度 $25 \pm 1^{\circ}\text{C}$ ，将比色管置于电磁搅拌器上，管内放一转子，管后附一3#字体的纸，开动搅拌器，由滴定管缓缓滴入蒸馏水(因滴定时放热，故必须慢慢滴定控制恒温)，滴定至从比色管侧面看3#字体模糊时为终点，记录所耗用蒸馏水的体积毫升数。用各种不同的HLB值为横坐标，所消耗蒸馏水体积毫升数为纵坐标，作标准曲线。重复以上步骤，记录蔗糖酯产品所耗用蒸馏水的体积毫升数，最后由标准曲线查得蔗糖酯产品的HLB值。本发明制备的蔗糖酯的HLB值约为：10.6~11.8。表明合成的蔗糖酯亲水性较强，蔗糖上的羟基酯化度低，即蔗糖酯的单酯的含量高，与上述结果一致。该产物适合于作水包油型(O/W)乳化剂。



(12) 实用新型专利

(10) 授权公告号 CN 201912933 U

(45) 授权公告日 2011. 08. 03

(21) 申请号 201020616739. 2

(22) 申请日 2010. 11. 22

(73) 专利权人 柳州爱格富食品科技股份有限公司

地址 545000 广西壮族自治区柳州市柳东新区官塘工业园

(72) 发明人 刘果 吴国勇 黄敏章

(51) Int. Cl.

B01J 19/18(2006. 01)

B01J 4/00(2006. 01)

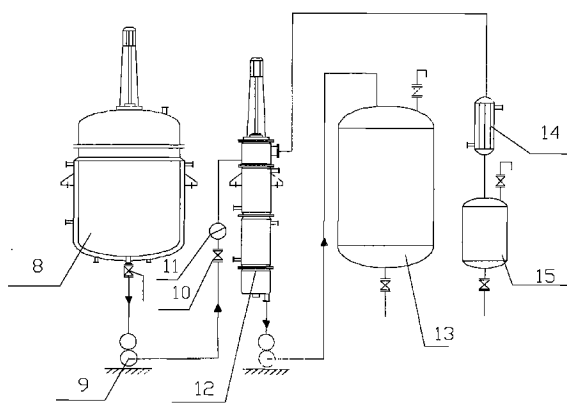
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 3 页

(54) 实用新型名称

旋转薄膜酯交换连续反应器

(57) 摘要

本实用新型公开了一种连续反应器,具体地说是涉及一种酯交换连续反应器。旋转薄膜酯交换连续反应器,其结构如下:原料混合釜(8)的出料端与旋转薄膜反应器(12)的进料口(1)连接,旋转薄膜反应器(12)的出料口(7)与产品储罐连接,旋转薄膜反应器(12)的蒸发口(3)与冷凝器(14)连接,冷凝器(14)与接收器(15)连接。物料在本实用新型反应器内进行酯交换反应的时候,生成的低沸点物质被迅速移除反应体系,有利于反应向生成物方向进行,大大提高反应速度和反应质量,由于物料在装置内是流动的,可以连续性投料生产,有利于大规模生产,提高生产效率。



1. 一种旋转薄膜酯交换连续反应器,其特征在于结构如下:原料混合釜(8)的出料端与旋转薄膜反应器(12)的进料口(1)连接,旋转薄膜反应器(12)的出料口(7)与产品储罐连接,旋转薄膜反应器(12)的蒸发口(3)与冷凝器(14)连接,冷凝器(14)与接收器(15)连接。

2. 根据权利要求1所述的旋转薄膜酯交换连续反应器,其特征在于所述的旋转薄膜反应器(12)的结构如下:筒身上部设有进料口(1)和蒸发口(3),筒身内上部设有物料分布器(2),筒身下端设有出料口(7),筒身内部为反应器内壁(5),刮板(4)设置在反应器(5)内壁内侧并与筒身中间的搅拌轴(6)相连。

3. 根据权利要求1或2所述的旋转薄膜酯交换连续反应器,其特征在于所述的旋转薄膜反应器(12)为1台。

4. 根据权利要求1或2所述的旋转薄膜酯交换连续反应器,其特征在于所述的旋转薄膜反应器(12)为2-8台,各旋转薄膜反应器(12)之间串联连接,相邻两个旋转薄膜反应器(12)之间通过齿轮泵连接。

5. 根据权利要求1所述的旋转薄膜酯交换连续反应器,其特征在于所述的原料混合釜(8)的出料端通过齿轮泵(9)和管路与旋转薄膜反应器(12)的进料口连接。

6. 根据权利要求5所述的旋转薄膜酯交换连续反应器,其特征在于所述的管路上设有物料调节阀(10)和流量计(11)。

旋转薄膜酯交换连续反应器

技术领域

[0001] 本实用新型涉及一种连续反应器,具体地说是涉及一种酯交换连续反应器,它适用于生物柴油、蔗糖多酯、蔗糖脂肪酸酯等需要进行酯交换反应的产品的连续性生产。

背景技术

[0002] 在有机化学合成反应中,酯交换反应是酯与醇在酸或碱的催化下生成一个新酯和一个新醇的反应,即酯的醇解反应。这一反应是可逆的,存在反应平衡,为使反应向着所要求的方向进行,需将生成物从反应体系中取走。例如:可以利用蒸馏的方法将生成的沸点较低的酯或醇蒸出。酯和酸在一定条件下也可以进行酯交换反应,生成一个新酯和一个新酸,同样也需要把生成的沸点较低的酯或酸蒸出。

[0003] 把生成物蒸出反应体系的方法通常是在安装有蒸馏装置的反应釜中进行,这种方法属于间歇性生产,生产周期长,原材料转化率不尽理想,不利于大规模生产,影响了生产效率和质量。

实用新型内容

[0004] 为了解决上述技术问题,本实用新型提出了一种旋转薄膜酯交换连续反应器,物料在本实用新型反应器内进行酯交换反应的时候,生成的低沸点物质被迅速移除反应体系,有利于反应向生成物方向进行,大大提高反应速度和反应质量,由于物料在装置内是流动的,可以连续性投料生产,有利于大规模生产,提高生产效率。

[0005] 为了解决上述技术问题,本实用新型是通过下述技术方案实现的:

[0006] 一种旋转薄膜酯交换连续反应器,其结构如下:原料混合釜的出料端与旋转薄膜反应器的进料口连接,旋转薄膜反应器的出料口与产品储罐连接,旋转薄膜反应器的蒸发口与冷凝器连接,冷凝器与接收器连接。

[0007] 所述的旋转薄膜反应器的结构如下:筒身上部设有进料口和蒸发口,筒身内上部设有物料分布器,筒身下端设有出料口,筒身内部为反应器内壁,刮板设置在反应器内壁内侧并与筒身中间的搅拌轴相连。

[0008] 所述的旋转薄膜反应器为 1 台。

[0009] 所述的旋转薄膜反应器为 2-8 台,各旋转薄膜反应器之间串联连接,相邻两个旋转薄膜反应器之间通过齿轮泵连接。

[0010] 所述的原料混合釜的出料端通过齿轮泵和管路与旋转薄膜反应器的进料口连接。

[0011] 所述的管路上设有物料调节阀和流量计。

[0012] 由于采用上述结构,使得本实用新型的优点和效果如下:

[0013] 物料在本实用新型反应器内进行酯交换反应的时候,生成的低沸点物质被迅速移除反应体系,有利于反应向生成物方向进行,大大提高反应速度和反应质量,由于物料在装置内是流动的,可以连续性投料生产,有利于大规模生产,提高生产效率。

附图说明

[0014] 图 1 为单级旋转薄膜酯交换连续反应器的结构示意图。

[0015] 图 2 为三级旋转薄膜酯交换连续反应器的结构示意图。

[0016] 图 3 是图 1 和图 2 中旋转薄膜反应器的结构示意图。

[0017] 图中,1、进料口,2、物料分布器,3、蒸发口,4、刮板,5、反应器内壁,6、搅拌轴,7、出料口,8、原料混合釜,9、齿轮泵,10、物料调节阀,11、流量计,12、旋转薄膜反应器,13、产品储罐,14、冷凝器,15、接收器。

具体实施方式

[0018] 下面结合附图对本实用新型进行进一步说明。

[0019] 实施例 1

[0020] 如图 1 和图 3 所示,本实用新型旋转薄膜酯交换连续反应器的结构如下:原料混合釜 8 的出料端通过齿轮泵 9 和管路与旋转薄膜反应器 12 的进料口连接,管路上设有物料调节阀 10 和流量计 11,旋转薄膜反应器 12 的出料口 7 与产品储罐 13 连接,旋转薄膜反应器 12 的蒸发口与冷凝器 14 连接,冷凝器 14 与接收器 15 连接。旋转薄膜反应器 12 的结构如下:筒身上部设有进料口 1 和蒸发口 3,筒身内上部设有物料分布器 2,筒身下端设有出料口 7,筒身内部为反应器内壁 5,刮板 4 设置在反应器 5 内壁内侧并与筒身中间的搅拌轴 6 相连。

[0021] 实施例 2:

[0022] 如图 2 和图 3 所示,本实用新型旋转薄膜酯交换连续反应器的结构如下:

[0023] 原料混合釜 8 的出料端通过齿轮泵 9 和管路与第一台旋转薄膜反应器 12 的进料口连接,管路上设有物料调节阀 10 和流量计 11,旋转薄膜反应器 12 为三台,三台旋转薄膜反应器 12 串联连接,相邻的旋转薄膜反应器之间以齿轮泵连接,第三台旋转薄膜反应器的出料口与产品储罐 13 连接,旋转薄膜反应器 12 的蒸发口与冷凝器 14 连接,冷凝器 14 与接收器 15 连接。旋转薄膜反应器 12 的结构与实施例 1 相同。

[0024] 实施例 3:

[0025] 实施例 2 所述的旋转薄膜反应器 12 为两台,两台旋转薄膜反应器 12 串联连接,两台旋转薄膜反应器 12 之间通过齿轮泵连接,其它结构同实施例 2。

[0026] 实施例 4:

[0027] 实施例 2 所述的旋转薄膜反应器 12 为 4-8 台,各旋转薄膜反应器 12 之间串联连接,相邻两个旋转薄膜反应器 12 之间通过齿轮泵连接,其它结构同实施例 2。

[0028] 本实用新型的工作原理如下:本实用新型旋转薄膜酯交换连续反应器由原料混合釜、旋转薄膜反应器、接收器组成,其特点是利用一台旋转薄膜反应器构成单级或多台旋转薄膜反应器串联构成多级的连续反应装置,每台旋转薄膜反应器之间以齿轮泵连接。经原料混合釜混合并预热、尚未反应的物料从入口切向进入转薄膜反应器,经安装在转薄膜反应器筒身内的物料分布器被连续均匀地分布于反应器内壁,在旋转的刮板的搅拌作用下沿着蒸发器的内壁向下流动,同时形成薄膜,这个过程中物料进行酯交换反应,生成的低沸点生成物在真空的条件下进行降膜蒸发,被迅速蒸发出反应体系,酯化反应朝着生成物方向进行,大大提高了反应速度,当物料到达反应器出口时,已经达到反应终点,而且低沸点的

生成物得到有效的分离。这个过程的特点是未反应的物料经过反应器进行反应后不再循环到混合釜,物流方向是单向的,有利于连续化生产,提高设备产能和生产效率,而传统的间歇式酯化反应设备是未反应的原料和生成物混合在同一体系中,存在反应平衡,需要较长时间才能达到反应终点,由于是间歇式生产,产量受到限制,生产效率不高。

[0029] 本实用新型进行酯交换物反应的物料在旋转反应器内进行反应并通过旋转刮板强制成膜,生成的低沸点生成物在真空条件下进行降膜蒸发,被迅速排除反应体系。由于薄膜蒸发器传热系数大、蒸发强度高、过流时间短、操作弹性大,所以很适合做为酯交换器。

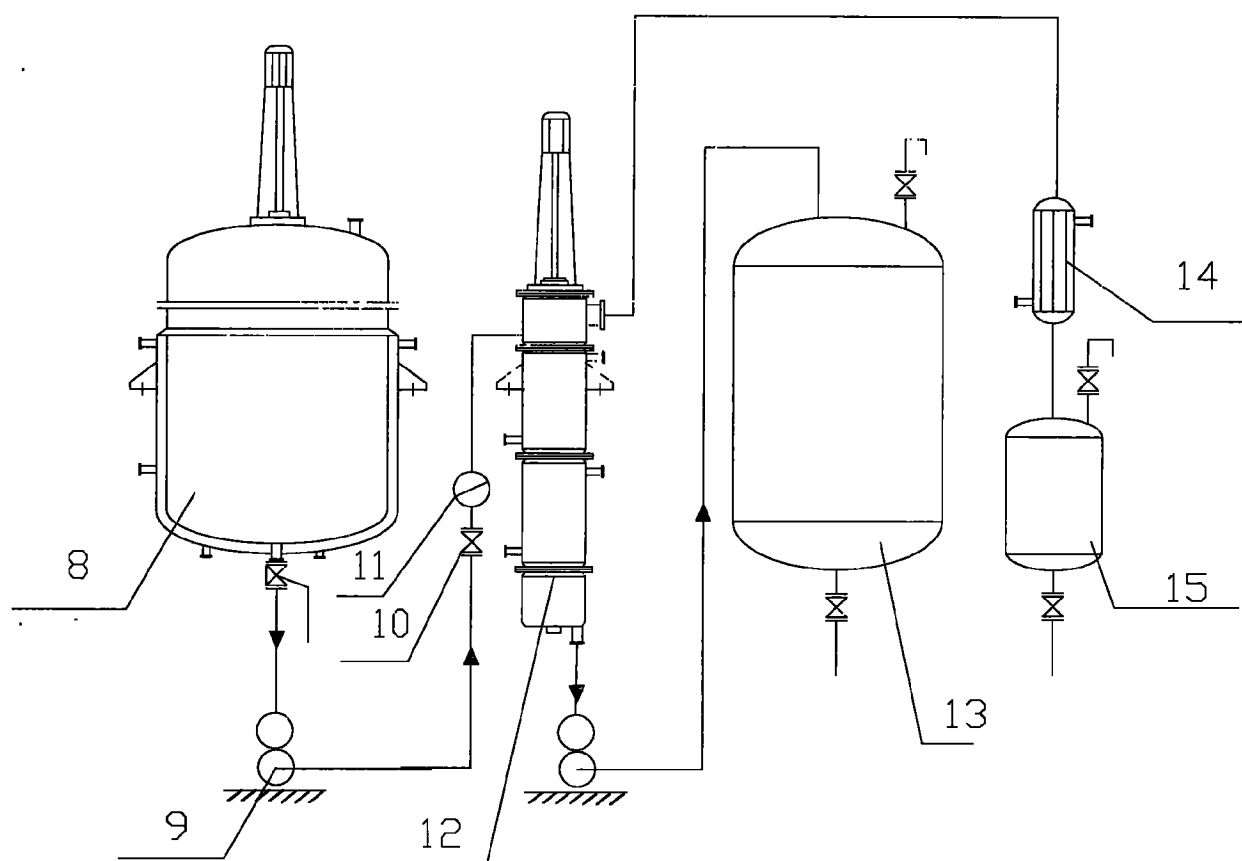


图 1

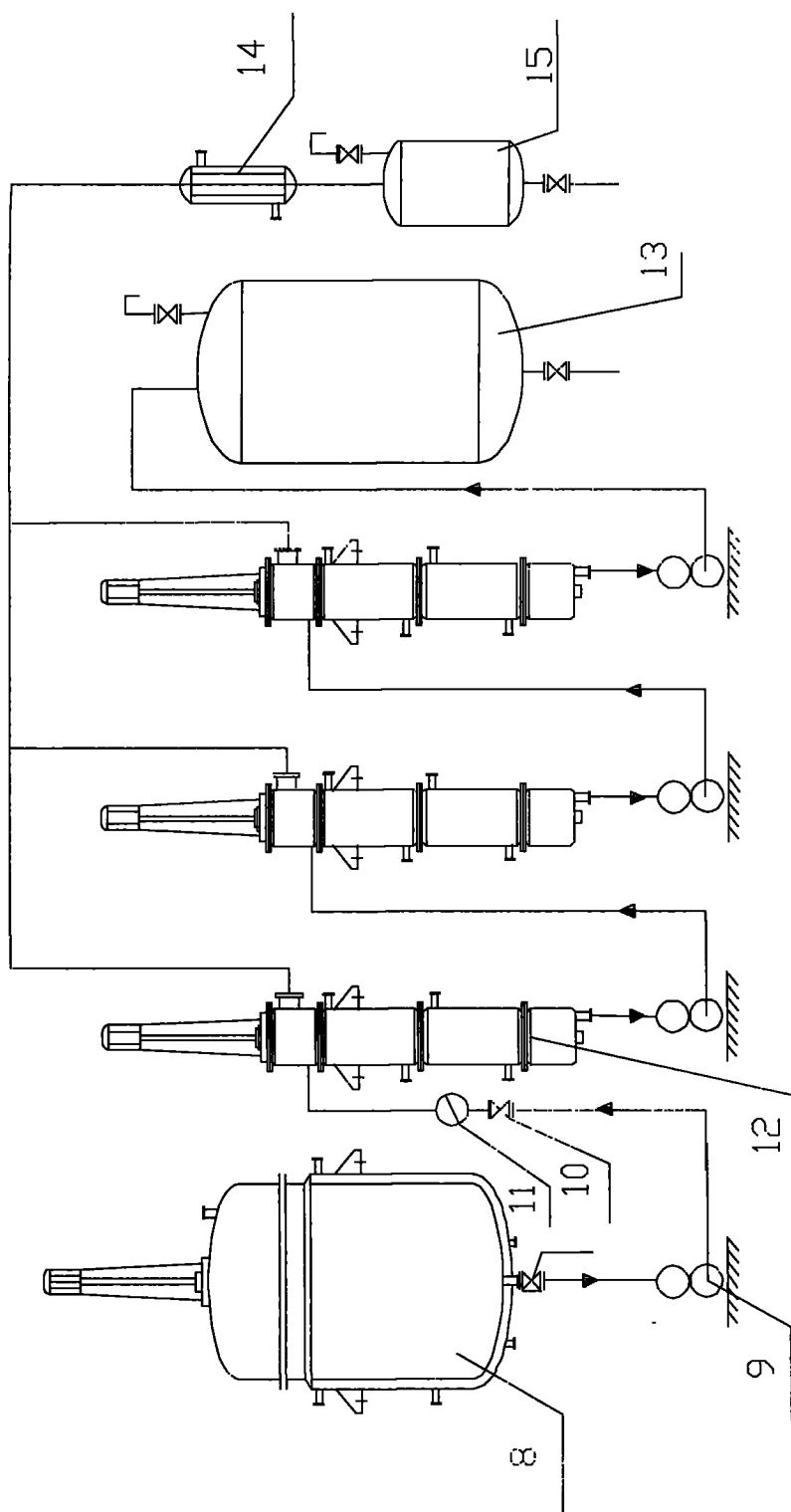


图 2

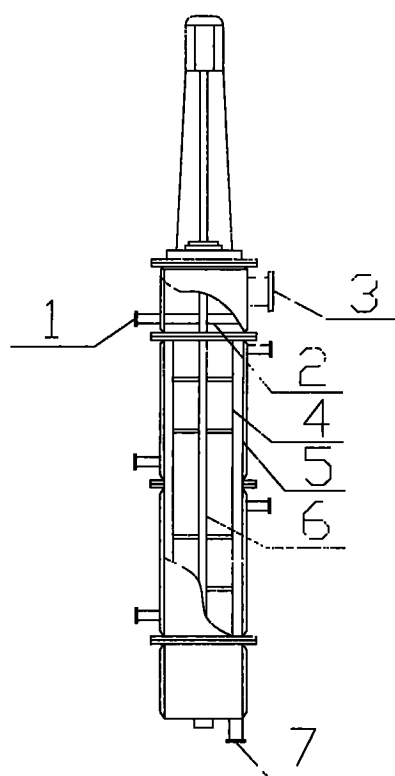


图 3



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102093438 A

(43) 申请公布日 2011.06.15

(21) 申请号 201010552399.6

(22) 申请日 2010.11.22

(71) 申请人 柳州爱格富食品科技股份有限公司

地址 545000 广西壮族自治区柳州市柳东新区官塘工业园

(72) 发明人 刘果 吴国勇 黄敏章

(51) Int. Cl.

C07H 13/08 (2006.01)

C07H 1/00 (2006.01)

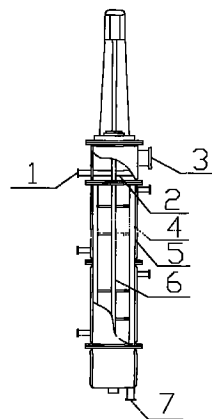
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 2 页

(54) 发明名称

利用旋转薄膜酯交换连续反应器合成蔗糖多酯的工艺

(57) 摘要

本发明公开了一种合成蔗糖多酯的工艺,具体地说是利用旋转薄膜酯交换连续反应器合成蔗糖多酯的工艺。在混合釜中加入油酸甲酯,蔗糖粉末,硬脂酸钾,碳酸钾,搅拌下加热,物料进入旋转薄膜酯交换连续反应器进行反应,反应后所得的脂肪酸蔗糖多酯粗品进入产品储罐,反应后所得的生成物甲醇经过冷凝器冷却后进入甲醇接收器,产品储罐里的粗品用乙酸中和至中性,洗涤、干燥后得蔗糖多酯产品。本发明工艺生成的低沸点物质被迅速移除反应体系,有利于反应向生成物方向进行,大大提高反应速度和产品质量,可以连续性投料生产,有利于大规模生产,提高生产效率,并且收率高,工艺简单,降低了生产成本,提高了资源利用率。



1. 一种利用旋转薄膜酯交换连续反应器合成蔗糖多酯的工艺,其特征在于在混合釜中加入脂肪酸甲酯 900-1100kg,蔗糖粉末 80-100kg,脂肪酸钾 25-35kg,碳酸钾 25-35kg,搅拌下加热至 115℃,并在生产全过程中维持物料恒温,打开混合釜放料阀,物料通过齿轮泵、进入旋转薄膜酯交换连续反应器进行反应,反应温度控制 125-135℃,反应器压力维持在 -0.1-0.092MPa,物料流经反应器时间约需 10 分钟,反应后所得的脂肪酸蔗糖多酯粗品进入产品储罐,反应后所得的生成物甲醇经过冷凝器冷却后进入甲醇接收器,当混合釜里的物料和反应器的物料流空后,反应结束,产品储罐里的粗品用乙酸中和至中性,洗涤,干燥后得蔗糖多酯产品。

2. 根据权利要求 1 所述的利用旋转薄膜酯交换连续反应器合成蔗糖多酯的工艺,其特征在于在混合釜中加入脂肪酸甲酯 1000kg,200 目的蔗糖粉末 90kg,脂肪酸钾 30kg,碳酸钾 30kg,搅拌下加热至 115℃,并在生产全过程中维持物料恒温,打开混合釜放料阀,物料通过齿轮泵和安装有蒸汽套管的物料管,在流量调节阀的调节下以 300L/h 的流量进入旋转薄膜酯交换连续反应器进行反应,反应温度控制 125-135℃,反应器压力维持在 -0.1-0.092MPa,物料流经反应器时间约需 10 分钟,反应后所得的脂肪酸蔗糖多酯粗品进入产品储罐,反应后所得的生成物甲醇经过冷凝器冷却后进入甲醇接收器,当混合釜里的物料和反应器的物料流空后,反应结束,储罐里的粗品用乙酸中和至中性,洗涤,干燥后得蔗糖多酯产品。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的利用旋转薄膜酯交换连续反应器合成蔗糖多酯的工艺,其特征在于所述的洗涤是在 60℃温度下依次以粗品 3 倍重量的饱和食盐水和粗品 3 倍重量的乙醇下洗涤。

4. 根据权利要求 1 或 2 所述的利用旋转薄膜酯交换连续反应器合成蔗糖多酯的工艺,其特征在于所述的旋转薄膜酯交换连续反应器的结构如下:筒身上部设有进料口 (1) 和蒸发口 (3),筒身内上部设有物料分布器 (2),筒身下端设有出料口 (7),筒身内部为反应器内壁 (5),刮板 (4) 设置在反应器内壁 (5) 内侧并与筒身中间的搅拌轴 (6) 相连。

利用旋转薄膜酯交换连续反应器合成蔗糖多酯的工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及一种合成蔗糖多酯的工艺,具体地说是利用旋转薄膜酯交换连续反应器合成蔗糖多酯的工艺。

背景技术

[0002] 在有机化学合成反应中,酯交换反应是酯与醇在酸或碱的催化下生成一个新酯和一个新醇的反应,即酯的醇解反应。这一反应是可逆的,存在反应平衡,为使反应向着所要求的方向进行,需将生成物从反应体系中取走。例如:可以利用蒸馏的方法将生成的沸点较低的酯或醇蒸出。酯和酸在一定条件下也可以进行酯交换反应,生成一个新酯和一个新酸,同样也需要把生成的沸点较低的酯或酸蒸出。

[0003] 现有的合成蔗糖多酯工艺是把生成物蒸出反应体系的方法,它是在安装有蒸馏装置的反应釜中进行,这种方法属于间歇性生产,生产周期长,原材料转化率不尽理想,不利于大规模生产,影响了生产效率和质量。并且现有的合成蔗糖多酯工艺存在收率低,萃取工序萃取物的分离回收利用难,工艺复杂、生产成本低、资源利用率低。

[0004] 中国科学院新疆理化技术研究所的“合成高酯化度蔗糖脂肪酸多酯的新工艺”发明专利(申请(专利)号:CN03101111.X),涉及一种合成高酯化度糖酯脂肪酸多酯的新工艺,该工艺是以脂肪酸甲酯或脂肪酸乙酯为原料,采用薄膜蒸发器或分子蒸馏器多次循环蒸馏,提高酯化反应的效率和产品蔗糖脂肪酸多酯的酯化度,这种方法虽然弥补了常规间歇式生产的原料转换率低的问题,但是物料长时间在高温下循环,蔗糖多酯粗品容易着色,在纯化过程中需要使用双氧水等方法脱色,导致产品过氧化值偏高,在一些领域如食品机械润滑、保健品的应用受到限制;该工艺仍然属于间歇式生产,在大规模生产中生产效率不高。

发明内容

[0005] 为了解决上述技术问题,本发明提出了一种利用旋转薄膜酯交换连续反应器合成蔗糖多酯的工艺,目的是高反应速度和反应质量,实现可以连续性投料生产,有利于大规模生产,提高生产效率,并且收率高,工艺简单,降低了生产成本,提高了资源利用率。

[0006] 为了解决上述技术问题,本发明是通过下述技术方案实现的:

[0007] 一种利用旋转薄膜酯交换连续反应器合成蔗糖多酯的工艺,在混合釜中加入脂肪酸甲酯 900-1100kg,蔗糖粉末 80-100kg,脂肪酸钾 25-35kg,碳酸钾 25-35kg,搅拌下加热至 115℃,并在生产全过程中维持物料恒温,打开混合釜放料阀,物料通过齿轮泵、进入旋转薄膜酯交换连续反应器进行反应,反应温度控制 125-135℃,反应器压力维持在 -0.1-0.092MPa,物料流经反应器时间约需 10 分钟,反应后所得的脂肪酸蔗糖多酯粗品进入产品储罐,反应后所得的生成物甲醇经过冷凝器冷却后进入甲醇接收器,当混合釜里的物料和反应器的物料流空后,反应结束,产品储罐里的粗品用乙酸中和至中性,洗涤,干燥后得蔗糖多酯产品。

[0008] 所述的利用旋转薄膜酯交换连续反应器合成蔗糖多酯的工艺,在混合釜中加入脂肪酸甲酯 1000kg,200 目的蔗糖粉末 90kg,脂肪酸钾 30kg,碳酸钾 30kg,搅拌下加热至 115℃,并在生产全过程中维持物料恒温,打开混合釜放料阀,物料通过齿轮泵和安装有蒸汽套管的物料管,在流量调节阀的调节下以 300L/h 的流量进入旋转薄膜酯交换连续反应器进行反应,反应温度控制 125-135℃,反应器压力维持在 -0.1-0.092MPa,物料流经反应器时间约需 10 分钟,反应后所得的脂肪酸蔗糖多酯粗品进入产品储罐,反应后所得的生成物甲醇经过冷凝器冷却后进入甲醇接收器,当混合釜里的物料和反应器的物料流空后,反应结束,储罐里的粗品用乙酸中和至中性,洗涤,干燥后得蔗糖多酯产品。

[0009] 所述的洗涤是在 60℃温度下依次以粗品 3 倍重量的饱和食盐水和粗品 3 倍重量的乙醇下洗涤。

[0010] 所述的旋转薄膜酯交换连续反应器的结构如下:筒身上部设有进料口 1 和蒸发口 3,筒身内上部设有物料分布器 2,筒身下端设有出料口 7,筒身内部设有反应器内壁 5,刮板 4 设置在反应器内壁 5 内侧,筒身内中部设有搅拌轴 6。

[0011] 本发明由于采用上述工艺方法,使得其具有如下优点和效果:

[0012] 本发明洗涤所得的食盐水溶液含有皂类、乙酸钾和蔗糖,可用于生产纸用消泡剂,乙醇液含有脂肪酸和少量脂肪酸甲酯,经过回收后,脂肪酸和脂肪酸甲酯用于合成蔗糖多酯,乙醇用于纯化蔗糖多酯。

[0013] 本发明采用旋转薄膜酯交换连续反应器是将反应物在熔融均相状态下通过旋转高速搅拌剪切成薄膜,极大地增加反应物之间的接触面积以及物料与真空接触的界面,使反应生成的副产品甲醇更容易移出反应体系,从而使反应更有利于向生成蔗糖多酯的方向进行,产品外观颜色好,有利于连续化生产,提高了设备产能和生产效率。

[0014] 本发明萃取工序萃余物的分离回收,解决萃取工序萃余物的分离回收利用的难题,对产业化推广简化工艺、降低生产成本、提高资源利用率有重要的意义。

[0015] 并且本发明收率高,工艺简单,降低了生产成本,提高了资源利用率。

附图说明

[0016] 图 1 是本发明旋转薄膜酯交换连续反应器的结构示意图。

[0017] 图 2 是本发明的工艺流程图。

[0018] 图中,1、进料口,2、物料分布器,3、蒸发口,4、刮板,5、反应器内壁,6、搅拌轴,7、出料口,8、原料混合釜,9、齿轮泵,10、物料调节阀,11、流量计,12、旋转薄膜反应器,13、产品储罐,14、冷凝器,15、甲醇接收器。

具体实施方式

[0019] 下面结合实施例对本发明做进一步详细说明,但本发明的保护范围不受实施例所限。

[0020] 实施例 1:

[0021] 在混合釜中加入脂肪酸甲酯 1000kg,200 目的蔗糖粉末 90kg,脂肪酸钾 30kg,碳酸钾 30kg,搅拌下加热至 115℃,并在生产全过程中维持物料恒温,打开混合釜放料阀,物料通过齿轮泵和安装有蒸汽套管的物料管,在流量调节阀的调节下以 300L/h 的流量

进入旋转薄膜酯交换连续反应器进行反应,反应温度控制 125-135℃,反应器压力维持在 -0.1-0.092MPa,物料流经反应器时间约需 10 分钟,反应后所得的脂肪酸蔗糖多酯粗品进入产品储罐,反应后所得的生成物甲醇经过冷凝器冷却后进入甲醇接收器,当混合釜里的物料和反应器的物料流空后,反应结束,储罐里的粗品用乙酸中和至中性,在 60℃温度下依次以粗品 3 倍重量的饱和食盐水和粗品 3 倍重量的乙醇下洗涤,干燥后得蔗糖多酯产品,产品收率 72% (相对脂肪酸甲酯)。

[0022] 本实施例制得的蔗糖多酯按照 GB8272-2009 检测结果为:游离糖 0.25%、酸值 2.75mgKOH/g,灰分 0.26%,酯化度 7.1。

[0023] 如图 1 所示,

[0024] 上述所有实施例中所所述的旋转薄膜酯交换连续反应器的结构如下:筒身上部设有进料口 1 和蒸发口 3,筒身内上部设有物料分布器 2,筒身下端设有出料口 7,筒身内部设有反应器内壁 5,刮板 4 设置在反应器内壁 5 内侧,筒身内中部设有搅拌轴 6。本发明旋转薄膜酯交换连续反应器可以是 1 台,也可以是 2-8 台,如果是多台时,各旋转薄膜反应器之间串联连接,相邻两个旋转薄膜反应器之间通过齿轮泵连接。

[0025] 本发明工艺优选采用的旋转薄膜酯交换连续反应器其特点是利用一台旋转薄膜反应器构成单级或多台旋转薄膜反应器串联构成多级的连续反应装置,每台旋转薄膜反应器之间以齿轮泵连接。经原料混合釜混合并预热、尚未反应的物料从入口切向进入转薄膜反应器,经安装在转薄膜反应器筒身内的物料分布器被连续均匀地分布于反应器内壁,在旋转的刮板的搅拌作用下沿着蒸发器的内壁向下流动,同时形成薄膜,这个过程中物料进行酯交换反应,生成的低沸点生成物在真空的条件下进行降膜蒸发,被迅速蒸发出反应体系,酯化反应朝着生成物方向进行,大大提高了反应速度,当物料到达反应器出口时,已经达到反应终点,而且低沸点的生成物得到有效的分离。这个过程的特点是未反应的物料经过反应器进行反应后不再循环到混合釜,物流方向是单向的,有利于连续化生产,提高设备产能和生产效率,而传统的间歇式酯化反应设备是未反应的原料和生成物混合在同一体系中,存在反应平衡,需要较长时间才能达到反应终点,由于是间歇式生产,产量受到限制,生产效率不高。

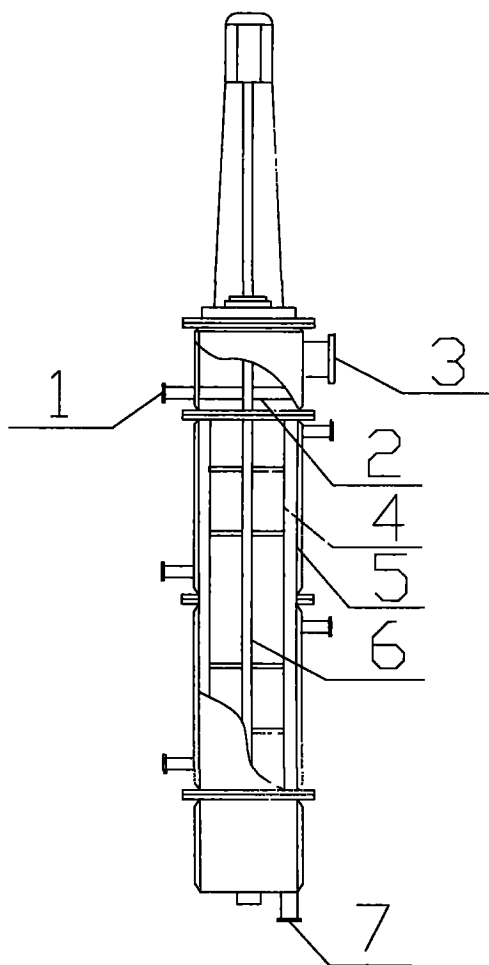


图 1

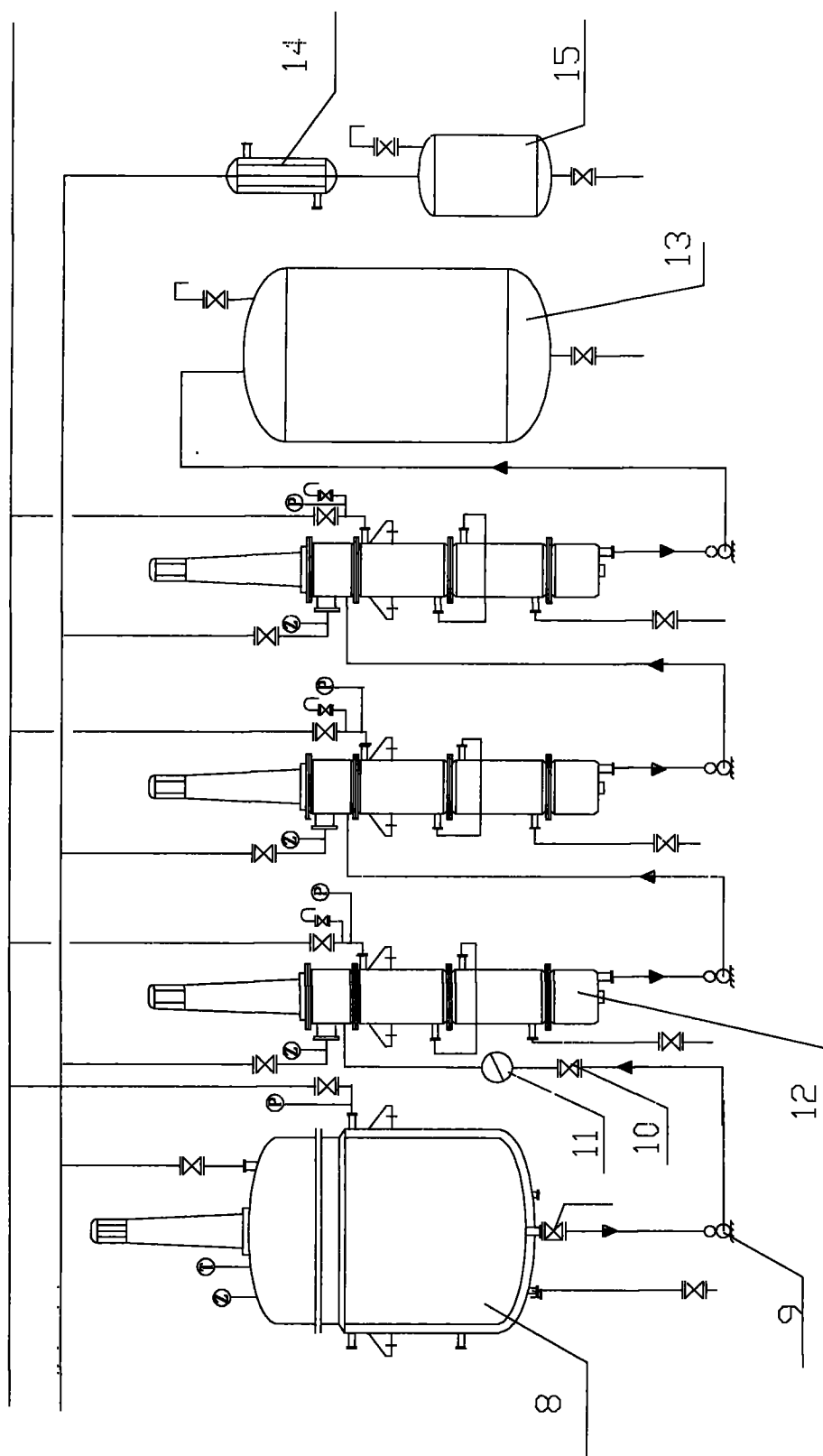


图 2