



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101830818 B

(45) 授权公告日 2011.05.18

(21) 申请号 201010170413.6

郝立勇等. 化学法合成甜菜碱工艺的改

(22) 申请日 2010.05.12

进. 《中国甜菜糖业》. 2003, (第4期), 第11-12页.

(73) 专利权人 山东格兰德生物科技有限公司

地址 274400 山东省菏泽市曹县青菏街道办事处

审查员 王大为

(72) 发明人 高相民

(74) 专利代理机构 济南泉城专利商标事务所

37218

代理人 张贵宾

(51) Int. Cl.

C07C 229/12 (2006.01)

C07C 227/40 (2006.01)

C07C 227/08 (2006.01)

C01D 3/04 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 1844082 A, 2006.10.11, 实施例1.

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

一种无水甜菜碱的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种季铵型生物碱的制备方法,特别公开了一种无水甜菜碱的制备方法。该无水甜菜碱的制备方法,其特征是:将氯乙酸溶于水形成氯乙酸水溶液,在搅拌状态下,将碳酸钠缓慢加入到氯乙酸水溶液中,待反应完毕后得到氯乙酸钠水溶液,将三甲胺气体缓慢通入氯乙酸钠水溶液中持续8-10小时,然后蒸馏该料液至水分的重量百分比为25%-30%,过滤,将滤液转移至高度密闭的设备中,搅拌加热物料至粉末状,即可获得无水甜菜碱。因此本发明的有益效果是生产过程无废液排出,生产成本低廉,耗能较低,产品的产率高,通常达到97%以上。

1. 一种无水甜菜碱的制备方法,其特征在于:包括如下步骤:

(1) 在 30℃ -40℃下,将氯乙酸溶于水,其中氯乙酸与水的重量比为 1 : 1.2-2.5;

(2) 在搅拌状态下,将碳酸钠缓慢加入到氯乙酸水溶液中,其中碳酸钠与氯乙酸的重量比为 1 : 1.5-2.0;待充分反应至溶液的 pH 值为 6.0-7.5 时,反应完毕,所得液体为氯乙酸钠水溶液;

(3) 在 45℃ -60℃下,将三甲胺气体缓慢通入氯乙酸钠水溶液中,持续 8-10 小时,其中三甲胺气体与氯乙酸的重量比为 1 : 1.5-2.5;

(4) 将步骤 (3) 中所得液体在 -0.01Mpa-0.02Mpa 压力下加热至 100℃ -120℃蒸馏,蒸馏至料液中水分的重量百分比为 25% -30%时即可;

(5) 使用 200 目滤布过滤上述蒸馏后的液体,滤出物为氯化钠;

(6) 在 -0.05Mpa 下,将步骤 (5) 中所得滤液转移至高度密闭的设备中,保持该设备内的温度为 100℃ -120℃,搅拌加热物料至粉末状,即可获得无水甜菜碱。

2. 根据权利要求 1 所述的无水甜菜碱的制备方法,其特征在于:步骤 (1) 中氯乙酸与水的重量比为 1 : 1.5-2.0。

一种无水甜菜碱的制备方法

(一) 技术领域

[0001] 本发明涉及一种季铵型生物碱的制备方法,特别涉及一种无水甜菜碱的制备方法。

(二) 背景技术

[0002] 无水甜菜碱,分子式 $C_5H_{11}NO_2$,分子量 117.15,外观为白色晶体或粉末,熔点为 $293^{\circ}C$,溶解度 ($20^{\circ}C$) 为 160 克/100 克水。无水甜菜碱是一种新型精细化学品,可广泛应用于食品、医药、日化、印染、化工等领域,也是一种高效、优质促生长的营养型添加剂,主要应用于饲料添加剂中替代蛋氨酸及应用于发酵工业中制作味精和维生素。

[0003] 目前,制备无水甜菜碱的方法主要有两种,一种是离子膜透析法,利用该法生产无水甜菜碱,需要使用大量的淡水来冲洗渗透的氯化钠,形成大量的含盐水,这样的水不能直接排放,需要经过再处理,造成了生产的附加成本增高、环保压力大等负面效应,而且该方法的生产效率低,产品的产量也低;另一种制备无水甜菜碱的方法是采用电解法,该方法需要耗费大量的电能才能达到提纯的目的,同时产生大量的废液,不仅效率低下,而且环保压力巨大。

(三) 发明内容

[0004] 本发明为了弥补现有技术的不足,提供了一种经济、环保、高效的无水甜菜碱的制备方法。

[0005] 本发明是通过如下技术方案实现的:

[0006] 一种无水甜菜碱的制备方法,其特征是:包括如下步骤:

[0007] (1) 在 $30^{\circ}C$ - $40^{\circ}C$ 下,将氯乙酸溶于水中,其中氯乙酸与水的重量比为 1 : 1.2-2.5;

[0008] (2) 在搅拌状态下,将碳酸钠缓慢加入到氯乙酸水溶液中,其中碳酸钠与氯乙酸的重量比为 1 : 1.5-2.0;待充分反应至溶液

[0009] 的 pH 值为 6.0-7.5 时,反应完毕,所得液体为氯乙酸钠水溶液;

[0010] (3) 在 $45^{\circ}C$ - $60^{\circ}C$ 下,将三甲胺气体缓慢通入氯乙酸钠水溶液中,持续 8-10 小时,其中三甲胺气体与氯乙酸的重量比为 1 : 1.5-2.5;

[0011] (4) 将步骤 (3) 中所得液体在 $-0.01Mpa$ - $0.02Mpa$ 压力下加热至 $100^{\circ}C$ - $120^{\circ}C$ 蒸馏,蒸馏至料液中水分的重量百分比为 25% -30% 时即可,水分含量是通过取样后,使用水分测定仪测定的;

[0012] (5) 使用 200 目滤布过滤上述蒸馏后的液体,滤出物为氯化钠;

[0013] (6) 在 $-0.05Mpa$ 下,将步骤 (5) 中所得滤液转移至高度密闭的设备中,保持该设备内的温度为 $100^{\circ}C$ - $120^{\circ}C$,搅拌加热物料至粉末状,即可获得无水甜菜碱。

[0014] 上述无水甜菜碱中各组份及其重量百分比分别为:甜菜碱:80%、氯化钠:19%、水分:1%。

[0015] 步骤(4)中所用水分测定仪为卡尔·费休水分测定仪。

[0016] 本发明制备无水甜菜碱的方法,其优选的方案是步骤(1)中氯乙酸与水的重量比为1:1.5-2.0。

[0017] 本发明的有益效果是:生产过程无废液排出,过滤过程中产生的废渣为高纯度氯化钠,可以直接作为饲料用盐或者工业用盐;产品中没有任何的抗结块物质,在饲料及发酵工业中使用无需考虑不溶物质对设备及使用效果的影响;生产成本低廉,耗能较之其他两种工艺能够节省30%-50%,因此产品价格低廉,性价比优于传统产品一倍以上;反应过程产品的产率高,通常达到97%以上。

(四)具体实施方式

[0018] 实施例1:

[0019] 无水甜菜碱的制备方法,包括如下步骤:

[0020] (1) 在30℃下,将500公斤氯乙酸溶于850公斤水中;

[0021] (2) 在搅拌状态下,将285公斤碳酸钠缓慢加入到上述氯乙酸水溶液中,待充分反应至溶液的pH值为6.5时,反应完毕,所得液体为氯乙酸钠水溶液;

[0022] (3) 在45℃下,将312公斤三甲胺气体缓慢通入氯乙酸钠水溶液中,持续10小时;

[0023] (4) 将步骤(3)中所得液体在-0.01Mpa压力下加热至100℃蒸馏,蒸馏至料液中水分的重量百分比为25%即可,水分含量是通过取样后,使用水分测定仪测定的;

[0024] (5) 使用200目滤布过滤蒸馏后的液体,滤出物为氯化钠;

[0025] (6) 在-0.05Mpa下,将步骤(5)中所得滤液转移至高度密闭的设备中,保持该设备内的温度为110℃,搅拌加热物料至粉末状,即可获得无水甜菜碱,该产品中各组份及其重量百分比分别为:甜菜碱:80%、氯化钠:19%、水分:1%。

[0026] 实施例2:

[0027] 无水甜菜碱的制备方法,包括如下步骤:

[0028] (1) 在35℃下,将500公斤氯乙酸溶于950公斤水中;

[0029] (2) 在搅拌状态下,将278公斤碳酸钠缓慢加入到上述氯乙酸水溶液中;待充分反应至溶液的pH值为7.0时,反应完毕,所得液体为氯乙酸钠水溶液;

[0030] (3) 在50℃下,将250公斤三甲胺气体缓慢通入氯乙酸钠水溶液中,持续9小时;

[0031] (4) 将步骤(3)中所得液体在0.01Mpa压力下加热至110℃蒸馏,蒸馏至料液中水分的重量百分比为27%即可,水分含量是通过取样后,使用水分测定仪测定的;

[0032] (5) 使用200目滤布过滤蒸馏后的液体,滤出物为氯化钠;

[0033] (6) 在-0.05Mpa下,将步骤(5)中所得滤液转移至高度密闭的设备中,保持该设备内的温度为108℃,搅拌加热物料至粉末状,即可获得无水甜菜碱,该产品中各组份及其重量百分比分别为:甜菜碱:80%、氯化钠:19%、水分:1%。

[0034] 实施例3:

[0035] 无水甜菜碱的制备方法,包括如下步骤:

[0036] (1) 在40℃下,将500公斤氯乙酸溶于1150公斤水中;

[0037] (2) 在搅拌状态下,将250公斤碳酸钠缓慢加入到上述氯乙酸水溶液中;待充分反应至溶液的pH值为7.5时,反应完毕,所得液体为氯乙酸钠水溶液;

- [0038] (3) 在 55℃下,将 227 公斤三甲胺气体缓慢通入氯乙酸钠水溶液中,持续 8 小时;
- [0039] (4) 将步骤 (3) 中所得液体在 0.02Mpa 压力下加热至 120℃蒸馏,蒸馏至料液中水分的重量百分比为 30%即可,水分含量是通过取样后,使用水分测定仪测定的;
- [0040] (5) 使用 200 目滤布过滤蒸馏后的液体,滤出物为氯化钠;
- [0041] (6) 在 -0.05Mpa 下,将步骤 (5) 中所得滤液转移至高度密闭的设备中,保持该设备内的温度为 115℃,搅拌加热物料至粉末状,即可获得无水甜菜碱,该产品中各组份及其重量百分比分别为:甜菜碱:80%、氯化钠:19%、水分:1%。
- [0042] 上述实施例中步骤 (4) 所用水分测定仪为卡尔·费休水分测定仪。