



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101260126 B

(45) 授权公告日 2010.12.22

(21) 申请号 200710085646.4

(22) 申请日 2007.03.06

(73) 专利权人 盐城捷康三氯蔗糖制造有限公司
地址 224300 江苏省盐城市射阳县城德发东
路8号

(72) 发明人 吴金山 安立军

(74) 专利代理机构 永新专利商标代理有限公司
72002

代理人 于辉

(51) Int. Cl.

C07H 5/02 (2006.01)

(56) 对比文件

US 5498709 A, 1996.03.12, 第6栏第64行至第7栏第4行.

审查员 杨轶

权利要求书 1 页 说明书 2 页

(54) 发明名称

三氯蔗糖的结晶方法

(57) 摘要

本发明公开了一种三氯蔗糖的结晶方法,其特征在于使用醇类溶剂或醇类与其它溶剂组成的混合溶剂对三氯蔗糖固体或其浓缩物进行结晶纯化,所述方法包括:将待结晶的三氯蔗糖固体或其浓缩物加入所述溶剂中,加热至完全溶解,然后缓慢降温结晶,静置,过滤后得到三氯蔗糖晶体。本法具有生产成本低、收率高、条件温和、质量稳定、设备简单等优点。

1. 一种三氯蔗糖的结晶方法,其特征在于使用醇类与其它溶剂组成的混合溶剂对三氯蔗糖固体或其浓缩物进行结晶纯化,所述方法包括:将待结晶的三氯蔗糖固体或其浓缩物加入所述溶剂中,加热至完全溶解,然后缓慢降温结晶,静置,过滤后得到三氯蔗糖晶体,其中所述其它溶剂选自乙酸乙酯、乙酸丙酯、乙酸异丙酯、乙酸丁酯和丙酮,混合溶剂中醇与其它溶剂的比例以体积计为 1 : 0.5 ~ 1 : 3。

2. 根据权利要求 1 所述的方法,其中用于三氯蔗糖结晶的醇类溶剂选自甲醇、乙醇、异丙醇。

3. 根据权利要求 1 所述的方法,其中三氯蔗糖固体或浓缩物与溶剂的比例以体积计为 1 : 1 ~ 1 : 6。

4. 根据权利要求 1 所述的方法,其中在加热溶解三氯蔗糖后,可以先浓缩除去部分溶剂,再降温结晶。

5. 根据权利要求 1 所述的方法,其中溶解三氯蔗糖的温度为 65 ~ 80℃。

6. 根据权利要求 1 所述的方法,其中静置结晶的温度为 -5℃ ~ 30℃。

三氯蔗糖的结晶方法

技术领域

[0001] 本发明涉及三氯蔗糖的结晶方法。

背景技术

[0002] 三氯蔗糖 (sucralose) 是氯代蔗糖的一种,其是一种新型的甜味剂。它的甜度为蔗糖的 600 倍,其不参与人体代谢,安全性高,对抗酸水解能力强,这些优点使它成为市场上最炙手可热的强力甜味剂,并已被三十多个国家批准使用。US4343934, US5141860, US4977254, US4783526, US4380476, US5298611 等专利阐述了三氯蔗糖的一种结晶方法:以水为溶剂进行结晶。这种方法的弊端在于:结晶时间过长,通常需要数天;结晶不完全,结晶母液中常含有大量产品,母液的回收比较麻烦;产品中水分含量较高,影响了产品的稳定性。US5498709 提到用乙酸乙酯作为结晶溶剂对三氯蔗糖进行结晶的方法,但该方法也存在结晶时间长和一次收率低的问题。US6943248 阐述了一种以甲醇和乙酸乙酯的混合溶剂进行结晶的方法,但由于两者的沸点太近,简单的蒸馏设备难以达到分离出甲醇从而在乙酸乙酯中结出晶体的目的,此专利中采用了一种蒸发管来实现两者的分离,但使用这套装置可能出现产品在管路中析出的可能,使进一步的生产难以继续,因此显然不适合工业化生产。

发明内容

[0003] 本发明的目的是针对上述几种结晶方法的不足,寻找一种收率更高、设备更简单、产品质量更好的结晶方法。

[0004] 本发明的目的是通过下列技术措施实现的:

[0005] 一种三氯蔗糖的结晶方法,其中使用醇类溶剂或醇类与其它溶剂组成的混合溶剂对三氯蔗糖固体或其浓缩物进行结晶纯化,所述方法包括:将待结晶的三氯蔗糖固体或其浓缩物加入所述溶剂中,加热至完全溶解,然后缓慢降温结晶,静置,过滤后得到三氯蔗糖晶体。

[0006] 所述方法中用于三氯蔗糖结晶的溶剂可以是两种溶剂的混合溶剂。

[0007] 在本发明的三氯蔗糖的结晶方法中,用于三氯蔗糖结晶的醇类溶剂优选选自甲醇、乙醇、异丙醇。但是,本领域一般技术人员应当明白合适的醇类溶剂并不限于上述这些溶剂。

[0008] 在本发明的三氯蔗糖的结晶方法中,用于三氯蔗糖结晶的溶剂可以是单一的醇类溶剂也可以是醇类与其它溶剂组成的混合溶剂。

[0009] 在使用醇类与其它溶剂组成的混合溶剂的情况下,与醇类组成混合溶剂的其它溶剂可以选自乙酸乙酯、乙酸丙酯、乙酸异丙酯、乙酸丁酯和丙酮。

[0010] 至于三氯蔗糖固体或浓缩物与溶剂的体积比,可以根据所选的具体溶剂方便地确定。一般而言,三氯蔗糖固体或浓缩物与溶剂的体积比可以在 1:1 ~ 1:6 的范围内。

[0011] 在本发明的三氯蔗糖的结晶方法中,在加热溶解三氯蔗糖后,可以先浓缩除去部

分溶剂,再降温结晶。

[0012] 溶解三氯蔗糖的温度可以根据溶解情况适当选择,一般为 65 ~ 80℃。

[0013] 在本发明的三氯蔗糖的结晶方法中,静置结晶的温度一般为 -5℃ ~ 30℃。

[0014] 在本发明的三氯蔗糖的结晶方法中,混合溶剂中醇与其它溶剂的体积比可以根据所选用的具体溶剂在宽的范围内合适地确定,通常选择混合溶剂中醇与其它溶剂的体积比为 1:0.5 ~ 1:3。

[0015] 本发明三氯蔗糖的结晶方法如下:

[0016] 首先,将反应得到的三氯蔗糖溶液浓缩至糖浆状(或者为三氯蔗糖的固体粗品);然后将其加入结晶所用溶剂中,加热至完全溶解后加入活性炭脱色、过滤,滤液缓慢降温结晶、静置、过滤,干燥得三氯蔗糖结晶。

[0017] 本发明的有益效果:

[0018] 与已报道的三氯蔗糖结晶工艺相比,本发明具有生产成本低、收率高、条件温和、质量稳定、设备简单等优点。

[0019] 以下通过实施例对本发明作进一步的阐述,但不限制本发明。

[0020] 实施例 1:

[0021] 使用 20g 三氯蔗糖 -6- 乙酯(含量 96%)作为原料,在经脱酰基反应后得到三氯蔗糖(100ml 甲醇溶液),浓缩溶液至干,加入无水乙醇 60g,加热至 75℃搅拌至全部溶解。加入活性炭 0.5g,搅拌脱色 15 分钟后过滤,滤液经真空浓缩出乙醇 40g,停止浓缩,5 小时左右降至室温,静置 3 小时,过滤、真空干燥得三氯蔗糖 15g(含量 98.5%)。

[0022] 实施例 2:

[0023] 使用 20g 三氯蔗糖 -6- 乙酯(96%)作为原料,在经脱酰基反应后得到三氯蔗糖(100ml 甲醇溶液),浓缩至干,加入甲醇:乙酸乙酯=1:2 的溶液 55ml,加热至回流,待全部溶解后,加入活性炭 0.5g,搅拌 15 分钟脱色。过滤、滤液 5 小时左右降到 0℃,静置 5 小时,过滤、真空干燥得三氯蔗糖成品 15.5g(98.7%)。

[0024] 实施例 3:

[0025] 将 20g 三氯蔗糖粗品(含量 96%)加入 50ml 的甲醇:醋酸丙酯=1:1 的混合溶剂中,加热回流至溶解。加入 0.5g 活性炭脱色 15 分钟。过滤、滤液 6 小时左右降到 5℃,静置 3 小时,过滤、真空干燥得三氯蔗糖成品 15.8g(含量 98.5%)。

[0026] 实施例 4:

[0027] 将 20g 的三氯蔗糖粗品(含量 96%)加入 100ml 的乙醇:丙酮=1:3 的混合溶剂中,加热回流至溶解。加入 0.5g 活性炭脱色 15 分钟。过滤、滤液 5 小时左右降到 10℃,静置 3 小时,过滤、真空干燥得三氯蔗糖成品 14.2g(含量 98.7%)。