



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 107033000 A

(43) 申请公布日 2017. 08. 11

(21) 申请号 201610074787. 5

(22) 申请日 2016. 02. 03

(71) 申请人 天津中福工程技术有限公司

地址 300384 天津市南开区华天道 2 号国际  
创业中心 6020

(72) 发明人 王红星 陈德辉 陆丁丁 迪建东

(51) Int. Cl.

C07C 69/68(2006. 01)

C07C 67/08(2006. 01)

权利要求书1页 说明书2页

(54) 发明名称

一种固定床连续液固催化制备乳酸酯的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种固定床连续液固催化制备乳酸酯的方法,包括如下步骤:将质量浓度为 95% 的乳酸和质量浓度为 95% 的低碳醇在原料罐内充分混合,经进料泵送入装载有固体酸催化剂 LC-51 或 NKC-9 的固定床反应器内,在反应温度 70~90℃、反应压力 0. 1~0. 3Mpa 和空速 3~7h<sup>-1</sup> 条件下进行液固催化酯化反应。本发明对传统的乳酸酯化反应方法进行了改进,克服了液体酸催化剂引起的设备腐蚀和污水污染环境等问题,引入酸性阳离子交换树脂催化剂,在保证乳酸转化率的前提下,将间歇酯化改进为液固催化连续酯化,改善了操作条件,提高了设备生产能力,降低了生产周期,连续催化反应产物中乳酸酯的质量分数在 40~50%,乳酸的转化率在 68% 以上。

1. 一种固定床连续液固催化制备乳酸酯的方法,其特征是包括如下步骤:将质量浓度为95%的乳酸和质量浓度为95%的低碳醇在原料罐内充分混合,经进料泵送入装载有固体酸催化剂的固定床反应器内,在一定的反应温度、反应压力和停留时间条件下进行液固催化酯化反应。

2. 根据权利要求1所述的一种固定床连续液固催化制备乳酸酯的方法,其特征在于所述的低碳醇为甲醇或乙醇。

3. 根据权利要求1所述的一种固定床连续液固催化制备乳酸酯的方法,其特征在于所述的乳酸和低碳醇的摩尔比为1:2~1:4。

4. 根据权利要求1所述的一种固定床连续液固催化制备乳酸酯的方法,其特征在于所述的固定床反应器固体酸催化剂为大孔径酸性阳离子交换树脂,型号为LC-51或NKC-9。

5. 根据权利要求1所述的一种固定床连续液固催化制备乳酸酯的方法,其特征在于所述的固定床反应器的反应温度为70~90℃,反应压力为0.1~0.3Mpa。

6. 根据权利要求1所述的一种固定床连续液固催化制备乳酸酯的方法,其特征在于所述的固定床反应器的空速3~7h<sup>-1</sup>。

## 一种固定床连续液固催化制备乳酸酯的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种固定床连续液固催化制备乳酸酯的方法,尤其涉及一种连续高效制备乳酸酯的方法。

### 背景技术

[0002] 本发明中乳酸酯主要为乳酸与低分子醇类脱水酯化反应得到的乳酸甲酯和乳酸乙酯,两种乳酸酯具有酯类特有的香味,外观为无色透明液体,由于其反应原料为乳酸、甲醇或乙醇,使得两种乳酸酯具有无毒和可生物降解的性能,因此除用作优良溶剂外,还是一种重要的食用香料,具有酒香型香气,用于酒类和香精的添加剂;此外在制药工业中用作药品的润滑剂和药物中间体;饲料工业中用作香味剂和除草剂的重要中间体等。

[0003] 乳酸酯的合成方法通常采用酯化法,即由乳酸与低碳醇在质子酸催化剂作用下酯化反应生产,再通过间歇减压精馏得到乳酸酯产品。传统的生产工艺主要问题有以下两点:

(1)为提高乳酸的单体转化率,须不断将反应生成的水移除反应体系,打破酯化反应的正逆反应平衡,而用作带水剂的往往是有毒的苯和甲苯等;(2)浓硫酸因其催化效率高,在传统工业中广泛使用,但是浓硫酸对设备腐蚀严重,后续处理复杂,造成工艺流程长,环境污染大,且浓硫酸作为液体酸催化剂,不利于连续反应,使得生产周期长,设备生产能力低。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种固定床连续液固催化制备乳酸酯的方法,以提高酯化速率,降低生产周期,提高设备生产能力,进而降低生产成本。

[0005] 本发明的技术方案概述如下:一种固定床连续液固催化制备乳酸酯的方法,其特征是包括如下步骤:首先将质量浓度为95%的乳酸和质量浓度为95%的低碳醇在原料罐内充分混合,经进料泵送入装载有固体酸催化剂的固定床反应器内,在一定的反应温度、反应压力和停留时间条件下进行液固催化酯化反应,然后将所得产物经过间歇精馏得到乳酸酯粗品。

[0006] 所述的低碳醇为甲醇或乙醇。

[0007] 所述的乳酸和低碳醇的摩尔比为1:2~1:4。

[0008] 所述的固定床反应器催化剂为大孔径酸性阳离子交换树脂,型号为LC-51或NKC-9。

[0009] 所述的固定床反应器的反应温度为70~90℃,反应压力为0.1~0.3Mpa。

[0010] 所述的固定床反应器的空速3~7h<sup>-1</sup>。

[0011] 本发明对传统的乳酸酯化反应方法进行了改进,克服了液体酸催化剂引起的设备腐蚀和污水污染环境等问题,引入酸性阳离子交换树脂催化剂,在保证乳酸转化率的前提下,将间歇酯化改进为液固催化连续酯化,改善了操作条件,提高了设备生产能力,降低了生产周期,连续催化反应产物中乳酸酯的质量分数在40~50%,乳酸的转化率在68%以上。

## 具体实施方式

[0012] 下面结合具体实施例对本发明作进一步的说明。

### [0013] 实施例1

一种固定床连续液固催化制备乳酸酯的方法,其特征是包括如下步骤:

(1)按摩尔比为1:3的比例将质量分数为95%的乳酸和质量分数为95%的甲醇在原料罐内混合均匀;(2)通过进料泵打入装载有LC-51型酸性阳离子交换树脂的固定床反应器内,控制反应温度为80℃,反应压力为0.3Mpa,空速5h<sup>-1</sup>;(3)对酯化反应产物进行气相色谱分析,乳酸甲酯的质量分数为45%,乳酸的转化率为73%。

### [0014] 实施例2

一种固定床连续液固催化制备乳酸酯的方法,其特征是包括如下步骤:

(1)按摩尔比为1:2的比例将质量分数为95%的乳酸和质量分数为95%的乙醇在原料罐内混合均匀;(2)通过进料泵打入装载有NKC-9型酸性阳离子交换树脂的固定床反应器内,控制反应温度为70℃,反应压力为0.2Mpa,空速4h<sup>-1</sup>;(3)对酯化反应产物进行气相色谱分析,乳酸甲酯的质量分数为42%,乳酸的转化率为68%。