



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101863753 A

(43) 申请公布日 2010.10.20

(21) 申请号 201010203822.1

(22) 申请日 2010.06.17

(71) 申请人 东莞市广益食品添加剂实业有限公司

地址 523220 广东省东莞市中堂镇吴家涌第二工业区

(72) 发明人 梁嘉臻 王力 林跃先

(74) 专利代理机构 广州三环专利代理有限公司
44202

代理人 张艳美 郝传鑫

(51) Int. Cl.

C07C 53/42 (2006.01)

C07C 51/60 (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

一种棕榈酰氯的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及棕榈酰氯制备的技术领域,特别是涉及一种利用棕榈酸和二氯亚砷制备棕榈酰氯的方法,该方法是以棕榈酸与二氯亚砷在有机胺催化剂的作用下,在磁力搅拌反应釜中,于 60 ~ 75℃下反应 0.5 ~ 2 小时,制得所述的棕榈酰氯;本发明不仅原料易得,而且工艺设备简单、能耗低、成本低廉,尤其是整个工艺的反应快速,易于工业化生产。

1. 一种棕榈酰氯的制备方法,其特征在于,所述方法是以棕榈酸与二氯亚砷在有机胺催化剂作用下,于 60 ~ 75°C 下反应 0.5 ~ 2 小时,制得所述的棕榈酰氯。

2. 根据权利要求 1 所述棕榈酰氯的制备方法,其特征在于,所述棕榈酸:二氯亚砷:有机胺的物质的量之比为 1 : 1 ~ 4 : 0.001 ~ 0.005。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述棕榈酰氯的制备方法,其特征在于,所述有机胺催化剂为三乙胺、吡啶、N- 甲基吡咯、N, N- 二甲基甲酰胺、N, N- 二甲基乙酰胺、N- 甲基四氢吡咯或 N, N- 二丁基甲酰胺。

4. 根据权利要求 3 所述棕榈酰氯的制备方法,其特征在于,所述有机胺催化剂为 N, N- 二甲基甲酰胺、吡啶或 N- 甲基吡咯。

5. 根据权利要求 1 所述棕榈酰氯的制备方法,其特征在于,所述方法按照以下步骤进行:

步骤一、将棕榈酸、二氯亚砷、有机胺按照棕榈酸:二氯亚砷:有机胺的物质的量之比为 1 : 1 ~ 4 : 0.001 ~ 0.005 投料到反应釜中;

步骤二、加热到 60 ~ 75°C 下反应 0.5 ~ 2 小时;

步骤三、将反应物倒入蒸馏器中,减压蒸馏,蒸馏温度保持在 65 ~ 90°C ;

步骤四、蒸除的二氯亚砷经冷凝回收再利用,蒸馏器里最终得到无色棕榈酰氯。

6. 根据权利要求 5 所述棕榈酰氯的制备方法,其特征在于,步骤一中所述反应釜为磁力搅拌反应釜。

7. 根据权利要求 5 所述棕榈酰氯的制备方法,其特征在于,步骤三中所述蒸馏器中的压力控制在真空度为 0.08 ~ 0.09Mpa。

8. 根据权利要求 5 所述棕榈酰氯的制备方法,其特征在于,步骤一中所述反应釜反应过程中,所产生的二氧化硫和氯化氢气体用碱性吸收塔进行吸收。

一种棕榈酰氯的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及棕榈酰氯制备技术领域,特别是涉及一种利用棕榈酸和二氯亚砷制备棕榈酰氯的方法。

背景技术

[0002] 棕榈酰氯是一种抗坏血酸棕榈酸酯的重要原料,其质量的好坏直接影响抗坏血酸棕榈酸酯产品的纯度和收率。目前关于棕榈酰氯的制备,资料报道了三种方法:三氯化磷或五氯化磷反应法、溶剂反应法和棕榈酸熔融反应法。三氯化磷或五氯化磷反应法反应转化率虽然较高,但反应后残余大量固态三氯化磷或五氯化磷及相关磷化物,导致分离棕榈酰氯难度较大;溶剂反应法转化率 85%左右,使用溶剂和残余二氯亚砷蒸除能耗和回收成本都较高;棕榈酸熔融反应法避免使用溶剂,用过量二氯亚砷当溶剂,反应收率较高,且二氯亚砷可蒸馏回收再次使用。然而棕榈酸熔融反应法也有其缺陷所在,该方法反应时间较长,需要催化剂改善其反应速率相关问题,否则难以产业化。

发明内容

[0003] 本发明的目的在于,提供一种工艺简单、反应时间短、易于工业化生产的棕榈酰氯的制备方法。

[0004] 本发明是通过以下技术方案来实现的:

[0005] 一种棕榈酰氯的制备方法,所述方法是以棕榈酸与二氯亚砷在有机胺催化剂作用下,于 60 ~ 75℃下反应 0.5 ~ 2 小时,制得所述的棕榈酰氯。

[0006] 其中,所述棕榈酸:二氯亚砷:有机胺的物质的量之比为 1 : 1 ~ 4 : 0.001 ~ 0.005。

[0007] 所述有机胺催化剂为三乙胺、吡啶、N-甲基吡咯、N,N-二甲基甲酰胺、N,N-二甲基乙酰胺、N-甲基四氢吡咯或 N,N-二丁基甲酰胺。

[0008] 所述有机胺催化剂为 N,N-二甲基甲酰胺、吡啶或 N-甲基吡咯。

[0009] 所述方法按照以下步骤进行:

[0010] 步骤一、将棕榈酸、二氯亚砷、有机胺按照棕榈酸:二氯亚砷:有机胺的物质的量之比为 1 : 1 ~ 4 : 0.001 ~ 0.005 投料到反应釜中;

[0011] 步骤二、加热到 60 ~ 75℃下反应 0.5 ~ 2 小时;

[0012] 步骤三、将反应物倒入蒸馏器中,减压蒸馏,蒸馏温度保持在 65 ~ 90℃;

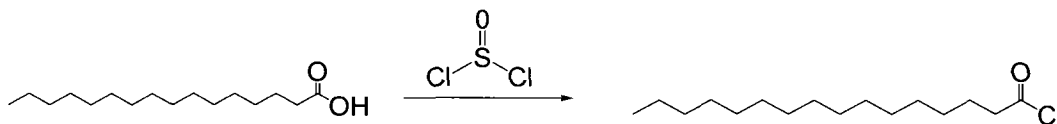
[0013] 步骤四、蒸除的二氯亚砷经冷凝回收再利用,蒸馏器里最终得到无色棕榈酰氯。

[0014] 步骤一中所述反应釜为磁力搅拌反应釜;步骤一中反应釜中反应过程中所产生的二氧化硫和氯化氢气体用碱性吸收塔进行吸收。

[0015] 步骤三中所述蒸馏器中的压力控制在真空度为 0.08 ~ 0.09Mpa。

[0016] 本发明的反应原理:

[0017]



[0018] 本发明是将棕榈酸与二氯亚砷,在有机胺催化剂作用下,在磁力搅拌反应釜内搅拌加热反应制得;由于原料仅仅用了棕榈酸、二氯亚砷和有机胺,不仅原料易得、避免了有机溶剂的大量使用,而且工艺和设备简单,只需要搅拌加热和减压蒸馏两个工艺和相应设备,减压蒸馏时分离棕榈酰氯和蒸除回收二氯亚砷容易,能耗低,成本低廉,尤其是整个工艺的反应快速,反应阶段的时间为 0.5 ~ 2 小时,较其它反应缩短了 3 ~ 5 倍的时间,易于工业化生产。

[0019] 具体的实施方式

[0020] 下面结合具体实施方式对本发明作进一步的详细说明,以助于本领域技术人员理解本发明。

[0021] 实施例 1

[0022] 棕榈酰氯的制备方法:往磁力搅拌反应釜中加入棕榈酸(10mol, 2564g)与二氯亚砷(20mol, 2379g),然后加入 5ml N,N-二甲基甲酰胺,加热至 60℃ 搅拌反应 1.5 小时;反应结束后,将磁力搅拌反应釜中的反应物倾倒入蒸馏器中,65℃ 真空旋转蒸发,蒸馏器中的压力控制在真空度为 0.08Mpa,并回收二氯亚砷冷凝液,最终获得 2692g 无色棕榈酰氯液体,棕榈酰氯含量为 97.0%,收率 95%。

[0023] 实施例 2

[0024] 棕榈酰氯的制备方法:往磁力搅拌反应釜中加入棕榈酸(10mol, 2564g)与二氯亚砷(20mol, 2379g),然后加入 5ml N,N-二甲基甲酰胺,加热至 75℃ 搅拌反应 2 小时;反应结束后,将磁力搅拌反应釜中的反应物倾倒入蒸馏器中,80℃ 真空旋转蒸发,蒸馏器中的压力控制在真空度为 0.08Mpa,并回收二氯亚砷冷凝液,最终获得 2692g 无色棕榈酰氯液体,棕榈酰氯含量为 97.0%,收率 95%。

[0025] 实施例 3

[0026] 棕榈酰氯的制备方法:往磁力搅拌反应釜中加入棕榈酸(10mol, 2564g)与二氯亚砷(30mol, 3569g),然后加入 5ml N,N-二甲基甲酰胺,加热至 75℃ 搅拌反应 2 小时;反应结束后,将磁力搅拌反应釜中的反应物倾倒入蒸馏器中,90℃ 真空旋转蒸发,蒸馏器中的压力控制在真空度为 0.08Mpa,并回收二氯亚砷冷凝液,最终获得 2693g 无色棕榈酰氯液体,棕榈酰氯含量为 98.2%,收率 96%。

[0027] 实施例 4

[0028] 棕榈酰氯的制备方法:往磁力搅拌反应釜中加入棕榈酸(20mol, 5128g)与二氯亚砷(40mol, 4758g),然后加入 5ml N,N-二甲基甲酰胺,加热至 70℃ 搅拌反应 2 小时;反应结束后,将磁力搅拌反应釜中的反应物倾倒入蒸馏器中,80℃ 真空旋转蒸发,蒸馏器中的压力控制在真空度为 0.08Mpa,并回收二氯亚砷冷凝液,最终获得 5383g 无色棕榈酰氯液体,棕榈酰氯含量为 96%,收率 94%。

[0029] 实施例 5

[0030] 棕榈酰氯的制备方法:往磁力搅拌反应釜中加入棕榈酸(10mol, 2564g)与二氯亚砷(40mol, 4758g),然后加入 5ml N,N-二甲基甲酰胺,加热至 65℃ 搅拌反应 2 小时;反应结

束后,将磁力搅拌反应釜中的反应物倾倒入蒸馏器中,90℃真空旋转蒸发,蒸馏器中的压力控制在真空度为 0.08Mpa,并回收二氯亚砷冷凝液,最终获得 2692g 无色棕榈酰氯液体,棕榈酰氯含量为 97.0%,收率 95%。

[0031] 上述实施例,只是本发明的较佳实施例,并非用来限制本发明实施范围,故凡以本发明权利要求所述的特征及原理所做的等效变化或修饰,均应包括在本发明权利要求范围之内。