



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 113387849 A

(43) 申请公布日 2021.09.14

(21) 申请号 202110772083.6

(22) 申请日 2021.07.08

(71) 申请人 金城化学(江苏)有限公司
地址 210000 江苏省南京市南京化学工业
园区潘姚路88号

(72) 发明人 林嘉华

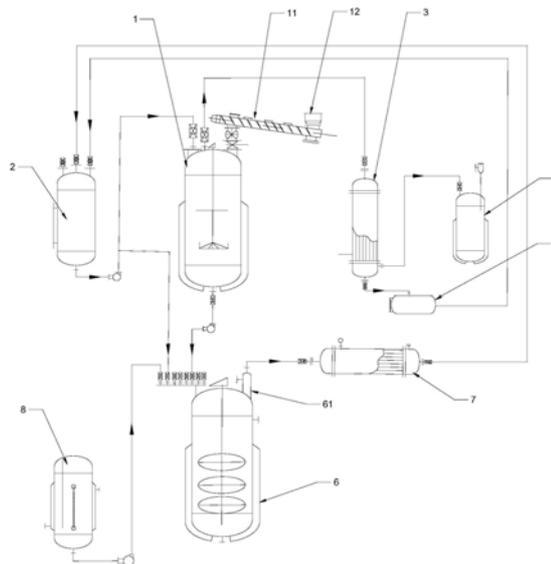
(74) 专利代理机构 上海汇诚合一知识产权代理
有限公司 31395
代理人 姜微微

(51) Int.Cl.
C07C 307/02 (2006.01)
C07C 303/34 (2006.01)
A23L 27/30 (2016.01)

权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称
一种甜蜜素生产工艺和装置

(57) 摘要
本发明公开了一种甜蜜素生产工艺和装置,装置包括中和釜、反应釜和稀胺釜,所述稀胺釜的出料口和所述中和釜的进料口连接,还包括第一冷凝器,所述第一冷凝器和所述中和釜上设置的气体排放口连接,所述第一冷凝器和稀胺罐连接,所述稀胺罐和所述稀胺釜连接。所述反应釜设置有胺出口,所述胺出口和第二冷凝器连接,所述第二冷凝器和所述稀胺釜连接,所述稀胺釜的出料口和所述反应釜的进料口连接。本发明提供的甜蜜素生产工艺和装置,工艺操作简单,收率高,收率可以达到95%~99%;本装置采用循环系统,使环己胺能够循环使用,节约了物料成本。



1. 一种甜蜜素的生产工艺,包括以下步骤:

S1、将氨基磺酸加入中和釜(1)中,然后滴加稀环己胺至中和釜(1)中直至反应液pH值为6.8~7.0;

S2、将反应液转移至反应釜(6)内,加热浓缩反应液;

S3、向反应釜(6)中加入浓环己胺进行反应,反应釜(6)上设置的胺出口(61)变冷4~6小时为反应完全;

S4、向反应釜(6)中加入NaOH,所加入NaOH的量和氨基磺酸的量摩尔比是1~1.05:1。

2. 根据权利要求1所述的一种甜蜜素的生产工艺,其特征在于:所述步骤S1中,稀环己胺浓度为:40%~50%,加入稀环己胺时中和釜(1)内温度小于65℃。

3. 根据权利要求1所述的一种甜蜜素的生产工艺,其特征在于:所述步骤S2中,所述反应釜(6)通过蒸汽加热,加热浓缩时反应釜(6)内温度为50℃~120℃,浓缩至反应釜(6)内液面没有白色泡沫,物料成黄色粘稠糊状。

4. 根据权利要求1所述的一种甜蜜素的生产工艺,其特征在于:所述步骤S3中,所述浓环己胺浓度为90%~99%,所述浓环己胺和氨基磺酸的摩尔比为:1.0~1.1:1。

5. 根据权利要求1所述的一种甜蜜素的生产工艺,其特征在于:所述步骤S3中,反应过程蒸汽压力控制在0.1~0.5MPa,反应釜(6)内反应温度60~150℃。

6. 根据权利要求1所述的一种甜蜜素的生产工艺,其特征在于:所述步骤S4中,向反应釜(6)中加入稀环己胺,加入稀环己胺和氨基磺酸的质量比为4.0~4.2。

7. 一种甜蜜素生产装置,包括中和釜(1)、反应釜(6)和稀胺釜(2),所述稀胺釜(2)的出料口和所述中和釜(1)的进料口连接,还包括第一冷凝器(3),所述第一冷凝器(3)和所述中和釜(1)上设置的气体排放口连接,所述第一冷凝器(3)和稀胺罐(5)连接,所述稀胺罐(5)和所述稀胺釜(2)连接。

8. 根据权利要求7所述的一种甜蜜素生产装置,其特征在于:所述反应釜(6)设置有胺出口(61),所述胺出口(61)和第二冷凝器(7)连接,所述第二冷凝器(7)和所述稀胺釜(2)连接,所述稀胺釜(2)的出料口和所述反应釜(6)的进料口连接。

9. 根据权利要求8所述的一种甜蜜素生产装置,其特征在于:还包括浓胺釜(8),所述浓胺釜(8)和所述中和釜(1)的加料口连接,还包括氨吸收桶(4),所述氨吸收桶(4)上设置有水喷射泵,所述氨吸收桶(4)和所述第一冷凝器(3)连接。

10. 根据权利要求7-9任一项所述的一种甜蜜素生产装置,其特征在于:所述中和釜(1)上设置有螺旋加料器(11),所述螺旋加料器(11)远离所述中和反应釜(6)的一端设置有固体加料口(12)。

一种甜蜜素生产工艺和装置

技术领域

[0001] 本发明涉及甜蜜素合成方法技术领域,尤其涉及一种甜蜜素生产工艺和装置。

背景技术

[0002] 甜蜜素化学名环己基氨基磺酸钠,它属于合成甜味剂,其甜度为蔗糖的30倍,而价格仅为蔗糖的3倍,而且它不像糖精那样用量稍多时有苦味,因而作为国际通用的食品添加剂中可用于清凉饮料、果汁、冰激凌、糕点食品及蜜饯中。但目前对于甜蜜素的合成工艺却鲜有报道。

发明内容

[0003] 为克服上述缺点,本发明的目的在于提供一种甜蜜素的生产工艺,包括以下步骤:

[0004] S1、将氨基磺酸加入中和釜中,然后滴加稀环己胺至中和釜中直至反应液pH值为6.8~7.0;

[0005] S2、将反应液转移至反应釜内,加热浓缩反应液;

[0006] S3、向反应釜中滴加浓环己胺进行反应,反应釜上设置的胺出口变冷4~6小时为反应完全;

[0007] S4、向反应釜中加入NaOH,所加入NaOH的量和氨基磺酸的量摩尔比是1~1.05:1。

[0008] 进一步地,所述步骤S1中,稀环己胺是浓度为40%~50%的水溶液,在加入稀环己胺时速度要均匀,反应温度小于65℃。

[0009] 进一步地,所述步骤S2中,所述反应釜通过蒸汽加热,加热浓缩时反应釜内温度为50℃~120℃,浓缩至反应釜内液面没有白色泡沫,物料成黄色粘稠糊状。在刚开始加热浓缩时,压力控制在0.15~0.30MPa,温度在50~120℃之间,浓缩6~14小时以后,物料水分经浓缩分离出去,随着反应釜内液位逐渐降低,物料变稠,蒸汽压力需逐渐减小至0.15MPa以下,温度为50℃~110℃。

[0010] 进一步地,所述步骤S3中,所述浓环己胺浓度为90%~99%,所述浓环己胺和氨基磺酸的摩尔比为:1.0~1.1:1,反应过程蒸汽压力控制在0.1~0.5MPa,反应釜内温度60~150℃。所述浓环己胺分三次加入,第三次加入的浓环己胺经NaOH饱和溶液脱水后加入到反应釜中。反应釜上设置的胺出口变冷4~6小时,搅拌叶上的反应液白得发亮,呈灰白色鳞片状时,表示该步反应完全。

[0011] 进一步地,所述步骤S4中,NaOH的量分两次加入,先第一次加入总量的90%,然后向反应釜中加入稀环己胺,加入稀环己胺和氨基磺酸的质量比为4.0~4.2,用稀环己胺带出反应分解的环己胺,再開蒸汽加热溶解,搅拌2~3小时后,加入剩余的NaOH。

[0012] 本发明提供一种甜蜜素的生产装置,包括中和釜、反应釜和稀胺釜,所述稀胺釜的出料口和所述中和釜的进料口连接,还包括第一冷凝器,所述第一冷凝器和所述中和釜上设置的气体排放口连接,所述第一冷凝器和稀胺罐连接,所述稀胺罐和所述稀胺釜连接。稀环己胺和氨基磺酸发生中和反应为放热反应,环己胺气体从反应釜中逸出经过第一冷凝

器冷凝后进入稀胺罐,然后稀胺罐内的环己胺经过管道输送到稀环己胺釜,稀环己胺可以再次参加反应。

[0013] 进一步地,所述反应釜设置有胺出口,所述胺出口和第二冷凝器连接,所述第二冷凝器和所述稀胺釜连接,所述稀胺釜的出料口和所述反应釜的进料口连接。通过稀胺釜向反应釜内加入稀环己胺,通过加入的稀环己胺带走反应产生的环己胺进入第二冷凝器冷凝,冷凝后输送至稀胺釜进行循环使用。

[0014] 进一步地,还包括浓胺釜,所述浓胺釜和所述中和釜的加料口连接,还包括氨吸收桶,所述氨吸收桶上设置有水喷射泵,所述氨吸收桶和所述第一冷凝器连接。

[0015] 进一步地,所述中和釜上设置有螺旋加料器,所述螺旋加料器远离所述中和反应釜的一端设置有固体加料口。从所述固体加料口内加入反应原料氨基磺酸。

[0016] 本发明的有益效果是:本发明提供了一种甜蜜素生产工艺和装置,该工艺操作简单,收率高,收率可以达到95%~99%;该装置采用循环系统,使环己胺能够循环使用,节约了物料成本。

附图说明

[0017] 图1为本发明一较佳实施例的甜蜜素生产装置的示意图。

[0018] 图中:1、中和釜;11、螺旋加料器;12、固体加料口;2、稀胺釜;3、第一冷凝器;4、氨吸收桶;5、稀胺罐;6、反应釜;61、胺出口;7、第二冷凝器;8、浓胺釜。

具体实施方式

[0019] 下面结合附图对本发明的较佳实施例进行详细阐述,以使本发明的优点和特征能更易于被本领域技术人员理解,从而对本发明的保护范围做出更为清楚明确的界定。

[0020] 实施例1

[0021] 将氨基磺酸(3975kg,40.9kmol)加入中和釜1中,然后向反应釜6中滴加浓度为40%的稀环己胺至反应液pH值为6.8,将反应液转移至反应釜6内,加热至50℃浓缩反应液,浓缩至物料成粘稠糊状;然后向反应釜6中滴加浓度为90%的浓环己胺(40.9kmol)进行反应,反应温度为60℃,反应过程蒸汽压力控制在0.1MPa,当反应釜6上设置的胺出口61变冷4小时后向反应釜6中加入NaOH(1636kg,40.9kmol),然后向反应釜6中加入浓度为40%的稀环己胺(15.9m³),用稀环己胺带出反应分解的环己胺,反应完成纯化处理,收率95%。

[0022] 实施例2

[0023] 将氨基磺酸(4025kg,41.5kmol)加入中和釜1中,然后向反应釜6中滴加浓度为50%的稀环己胺至反应液pH值为6.8,将反应液转移至反应釜6内,加热至90℃浓缩反应液,浓缩至物料成粘稠糊状;然后向反应釜6中滴加浓度为95%的浓环己胺(43.6kmol)进行反应,反应温度为100℃,反应过程蒸汽压力控制在0.3MPa,当反应釜6上设置的胺出口61变冷5小时后向反应釜6中加入NaOH(1709kg,42.7kmol),然后向反应釜6中加入稀环己胺(16.1m³),用稀环己胺带出反应分解的环己胺,反应完成纯化处理,收率99%。

[0024] 实施例3

[0025] 将氨基磺酸(4025kg,41.5kmol)加入中和釜1中,然后向反应釜6中滴加浓度为50%的稀环己胺至反应液pH值为7.0,将反应液转移至反应釜6内,加热至120℃浓缩反应

液,浓缩至物料成粘稠糊状;然后向反应釜6中滴加浓度为99%的浓环己胺(45.6kmol)进行反应,反应温度为150℃,反应过程蒸汽压力控制在0.5MPa,当反应釜6上设置的胺出口61变冷6小时后向反应釜6中加入NaOH(1741kg,43.5kmol),然后向反应釜6中加入稀环己胺(16.9m³),用稀环己胺带出反应分解的环己胺,反应完成纯化处理,收率97%。

[0026] 实施例4

[0027] 本实施例参见图1,一种甜蜜素的生产装置,包括中和釜1、反应釜6和稀胺釜2,所述中和釜1上设置有螺旋加料器11,所述螺旋加料器11远离所述中和反应釜6的一端设置有固体加料口12。从所述固体加料口12内加入反应原料氨基磺酸。所述稀胺釜2的出料口和所述中和釜1的进料口连接,还包括第一冷凝器3,所述第一冷凝器3和所述中和釜1上设置的气体排放口连接,所述第一冷凝器3和稀胺罐5连接,所述稀胺罐5和所述稀胺釜2连接。还包括氨吸收桶4,所述氨吸收桶4上设置有水喷射泵,所述氨吸收桶4和所述第一冷凝器3连接。

[0028] 本实施例所述的反应釜6设置有胺出口61,所述胺出口61和第二冷凝器7连接,所述第二冷凝器7和所述稀胺釜2连接,所述稀胺釜2的出料口和所述反应釜6的进料口连接。通过稀胺釜2向反应釜6内加入稀环己胺,通过加入的稀环己胺带走反应产生的环己胺进入第二冷凝器7冷凝,冷凝后输送至稀胺釜2进行循环使用。还包括浓胺釜8,所述浓胺釜8和所述中和釜1的加料口连接。

[0029] 以上实施方式只为说明本发明的技术构思及特点,其目的在于让熟悉此项技术的人了解本发明的内容并加以实施,并不能以此限制本发明的保护范围,凡根据本发明精神实质所做的等效变化或修饰,都应涵盖在本发明的保护范围内。

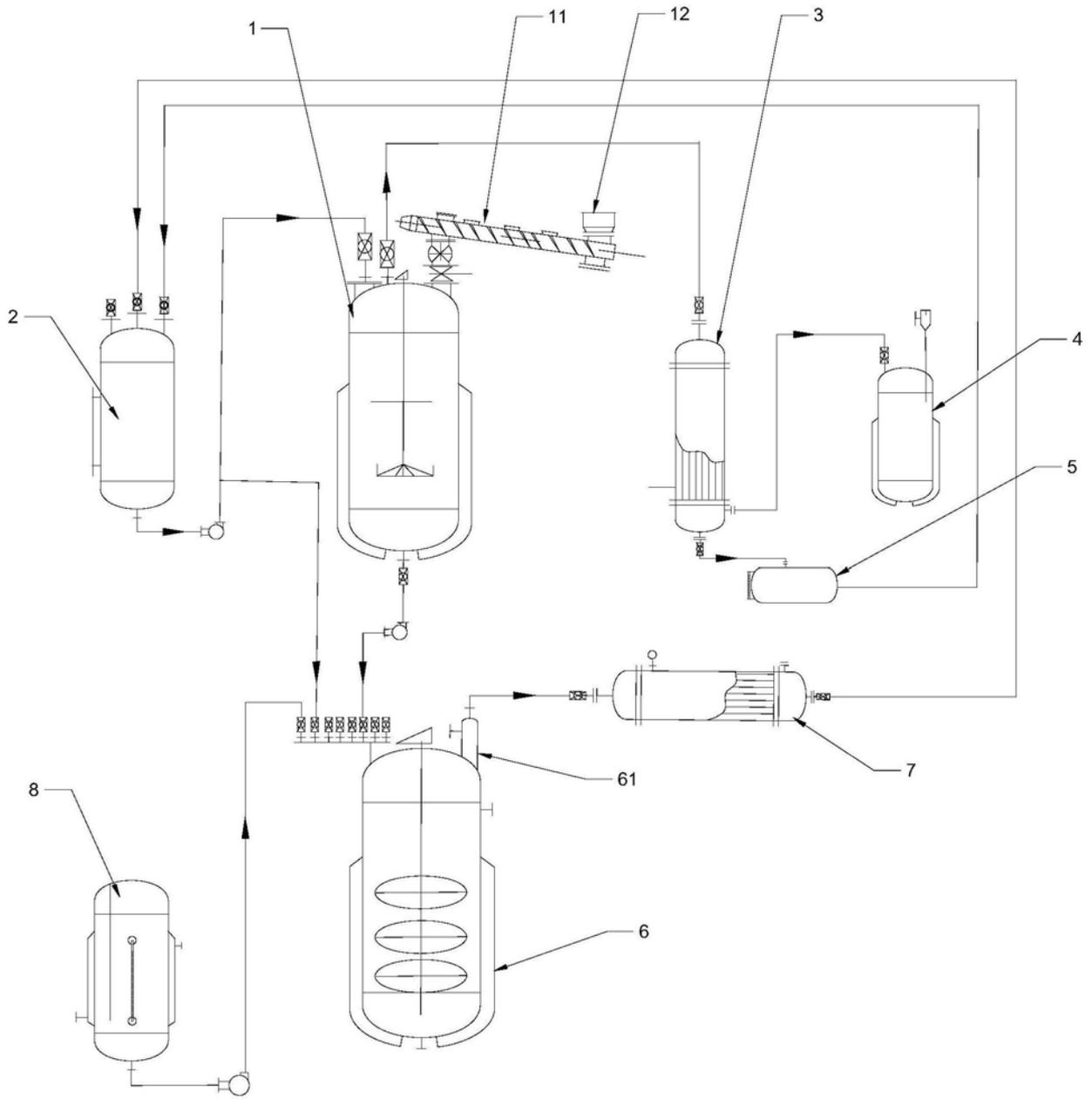


图1