



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103739489 A

(43) 申请公布日 2014. 04. 23

(21) 申请号 201310752111. 3

(22) 申请日 2013. 12. 30

(71) 申请人 浙江工业大学

地址 310014 浙江省杭州市下城区潮王路
18 号

(72) 发明人 王士涛 郭红云 丁茂华 滕茂林
陆晨曦

(74) 专利代理机构 杭州天正专利事务所有限公
司 33201

代理人 黄美娟 俞慧

(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

一种氨基磺酸催化合成乳酸乙酯的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种合成乳酸乙酯的方法，所述方法为：以摩尔比为 1:1.5 ~ 3 的乳酸和乙醇为原料，以环己烷为带水剂，在质量为原料总质量的 1 ~ 6% 的氨基磺酸催化下于 80 ~ 120℃ 进行酯化反应 4 ~ 8 小时，反应结束后反应液静置，分离得到氨基磺酸和乳酸乙酯。本发明催化剂廉价易得、性能稳定，在催化合成乳酸乙酯反应中具有很好的催化活性，反应工艺简单，反应条件温和，产物转化率和选择性高，基本无污染。

1. 一种合成乳酸乙酯的方法,所述方法为:以摩尔比为1:1.5~3的乳酸和乙醇为原料,以环己烷为带水剂,在质量为原料总质量的1~6%的氨基磺酸催化下于80~120℃进行酯化反应4~8小时,反应结束后反应液冷却静置,分离得到氨基磺酸和乳酸乙酯。
2. 如权利要求1所述的方法,其特征在于:乳酸和乙醇的投料摩尔比为1:2~3。
3. 如权利要求1或2所述的方法,其特征在于:环己烷的体积用量以乳酸和乙醇的总质量计为0.8~1.3mL/g。
4. 如权利要求1或2所述的方法,其特征在于:酯化反应温度为100~120℃,反应时间为6~8小时。
5. 如权利要求3所述的方法,其特征在于:酯化反应温度为100~120℃,反应时间为6~8小时。

一种氨基磺酸催化合成乳酸乙酯的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种氨基磺酸催化合成乳酸乙酯的方法。

背景技术

[0002] 乳酸乙酯(ethyl lactate),分子式 C₅H₁₀O₃,相对分子质量 118.14, CAS97-64-3,又称 α - 羟基丙酸乙酯,其在食品、酿酒、化工、医药等行业具有广泛用途,同时又是极具开发价值和应用前景的“绿色溶剂”。

[0003] 传统的乳酸乙酯生产是以乳酸和乙醇为原料,以浓硫酸作为催化剂,用苯或甲苯作为带水剂除去反应中的水,酯化合成乳酸乙酯。该工艺主要存在以下问题:①乳酸是典型的羟基酸,在与硫酸共热时会分解为乙醛和甲酸,与脱水剂共热时生成丙交酯,这些羟基酸所特有的副反应将大大降低乳酸乙酯的产率;②以硫酸作催化剂,设备腐蚀严重;③以苯或甲苯作为带水剂,产品中往往残留少量苯或甲苯,影响乳酸乙酯在食品等方面的应用。

[0004] 近年来,随着“绿色化学”理念的深入人心,以固体酸为催化剂应用于催化酯化反应的研究报道较多。在乳酸乙酯的合成中,先后有以 HY 型固体酸、以 SO₄²⁻/ZrO₂-TiO₂ 复合固体超强酸、大孔强酸性阳离子交换树脂等作为催化剂的文献报道,但是这些合成方法或者产率不高或者生产成本高。因此,开发廉价且高活性的催化剂,提高乳酸乙酯产率,降低生产成本,是乳酸乙酯合成研究中急需解决的一个问题。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种氨基磺酸催化合成乳酸乙酯的方法,该催化剂廉价易得、性能稳定,在催化合成乳酸乙酯反应中具有很好的催化活性,反应工艺简单,反应条件温和,产物转化率和选择性高,基本无污染。

[0006] 为实现上述发明目的,本发明采用以下方案:

[0007] 一种合成乳酸乙酯的方法,所述方法为:以摩尔比为 1:1.5 ~ 3 的乳酸和乙醇为原料,以环己烷为带水剂,在质量为原料总质量的 1 ~ 6% 的氨基磺酸催化下于 80 ~ 120℃ 进行酯化反应 4 ~ 8 小时,反应结束后反应液静置,分离得到氨基磺酸和乳酸乙酯。

[0008] 本发明中,氨基磺酸使用市售商品,其在常温下,只要保持干燥不与水接触,不吸湿,比较稳定,同时具有不挥发、无臭味和对人体毒性极小的特点。

[0009] 进一步,乳酸和乙醇的投料摩尔比优选为 1:2 ~ 3。

[0010] 进一步,环己烷的体积用量以乳酸和乙醇的总质量计为 0.8 ~ 1.3mL/g。

[0011] 进一步,酯化反应温度优选为 100 ~ 120℃,反应时间优选为 6 ~ 8 小时。

[0012] 本发明的酯化反应为均相反应,反应时氨基磺酸溶于反应液中,反应完成后,通过冷却静置,氨基磺酸完全析出,可以用倾析、过滤的方法分离出催化剂,然后用蒸馏的方法分离出未反应的乙醇,从而得到目标产物。

[0013] 本发明的酯化反应酯化率达 98% 以上,选择性为 100%。催化剂经过简单除水后重复循环使用 10 次以上。

- [0014] 本发明与现有技术比较具有以下优点：
- [0015] 1) 对化学反应的选择性、转化率都有不同程度的提高。
- [0016] 2) 催化剂廉价易得,市售。
- [0017] 3) 反应条件温和。
- [0018] 4) 后处理方便,产物和催化剂容易分离。
- [0019] 5) 该固体酸催化剂混合物经简单处理后,可重复利用。

具体实施方式

[0020] 下面的实施例可以使本专业技术人员更全面的理解本发明,但不可以任何方式限制本发明。

[0021] 本发明使用的催化剂氨基磺酸购自阿拉丁,货号 :S103529。

[0022] 实施例 1

[0023] 称取 0.2g 催化剂和 9.01g 乳酸及 6.91g 乙醇放入反应瓶中,再加入 20mL 的环己烷作为带水剂,搅拌,控制温度为 80℃,反应时间 4 小时,反应静置,重力沉降,通过分液分出酯化产物乳酸乙酯,酯化率为 96%,选择性为 100%,冷却静置后分离出的固体酸催化剂可循环使用。

[0024] 实施例 2

[0025] 称取 0.5g 催化剂和 9.01g 乳酸及 9.21g 乙醇放入反应瓶中,再加入 20mL 的环己烷作为带水剂,搅拌,控制温度为 100℃,反应时间 6 小时,反应静置,重力沉降,通过分液分出酯化产物乳酸乙酯,酯化率为 98%,选择性为 100%,冷却静置后分离出的固体酸催化剂可循环使用。

[0026] 实施例 3

[0027] 称取 1g 催化剂和 9.01g 乳酸及 13.82g 乙醇放入反应瓶中,再加入 20mL 的环己烷作为带水剂,搅拌,控制温度为 120℃,反应时间 8 小时,反应静置,重力沉降,通过分液分出酯化产物乳酸乙酯,酯化率为 99%,选择性为 100%,冷却静置后分离出的固体酸催化剂可循环使用。

[0028] 实施例 4

[0029] 称取 1g 催化剂和 9.01g 乳酸及 9.21g 乙醇放入反应瓶中,再加入 20mL 的环己烷作为带水剂,搅拌,控制温度为 100℃,反应时间 8 小时,反应静置,重力沉降,通过分液分出酯化产物乳酸乙酯,酯化率为 98%,选择性为 100%,冷却静置后分离出的固体酸催化剂可循环使用。

[0030] 实施例 5

[0031] 以实施例 3 中分离出的催化剂除水后重复利用,反应条件同实施例 3,催化剂重复使用的结果如表 1 所示:

[0032] 表 1

[0033]

使用次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9
酯化率	99%	98.5%	98.5%	98%	98%	98%	97.6%	97.5%	97%
选择性	100%	100%	100%	100%	100%	100%	100%	100%	100%