



Государственный комитет  
СССР  
по делам изобретений  
и открытий

О П И С А Н И Е  
ИЗОБРЕТЕНИЯ

К ПАТЕНТУ

(11) 791248

- (61) Дополнительный к патенту -  
(22) Заявлено 16.04.76 (21) 2355212/23-04  
(23) Приоритет - (32) 18.04.75  
13.02.76  
(31) 16216/75 (33) Великобритания  
5795/76

(51) М. Кл.<sup>3</sup>  
С 07 Н 3/02  
А 61 К 31/70

Опубликовано 23.12.80, Бюллетень № 47  
Дата опубликования описания 23.12.80

(53) УДК 547.455.  
.07(088.8)

(72) Автор  
изобретения

Иностранец  
Кеннет Джеймс  
(Великобритания)

(71) Заявитель

Иностранная фирма  
"Тейт энд Лайл Лимитед"  
(Великобритания)

(54) СПОСОБ ОЧИСТКИ СЛОЖНЫХ ЭФИРОВ САХАРОЗЫ

Изобретение относится к способу очистки поверхностно-активного вещества, полученного путем трансэтерификации сахарозы под действием одного или более триглицеридов. Неочищенный продукт, полученный по этому способу, содержит моноэфир и диэфир сахарозы и жирной кислоты, непрореагировавшие триглицериды, моно- и диглицериды жирной кислоты и жирнокислотные мыла. Продукты этого типа обладают замечательными поверхностно-активными свойствами и могут быть использованы в нерафинированном состоянии для многих промывных целей. Однако существует потребность в получении относительно чистых эфиров, особенно моноэфиров сахарозы, для использования их в качестве поверхностно-активных веществ и эмульгаторов в таких областях, как пищевая промышленность, фармацевтическая, парфюмерная, при производстве каучука и пластмасс.

Известны различные способы очистки сложных эфиров сахарозы, не содержащих моно-, ди- и триглицериды жирных кислот, в зависимости от используемой для их получения реакционной среды. Присутствующее в реакционной смеси мыло разрушается путем

подкисления, с целью получения свободной жирной кислоты или же мыла могут быть разрушены посредством реакции двойного разложения под действием соли металла, образующаяся смесь распределяется между двумя растворителями [1].

Однако установлено, что в присутствии глицеридов, способы, основанные на распределении растворитель-растворитель, являются трудными в осуществлении вследствие эмульгации и требуют проведения высаливания или повышенных температур с тем, чтобы быть работоспособными. Это весьма нежелательно, в тех случаях, когда работают с воспламеняющимися, летучими растворителями.

Цель настоящего изобретения является новый способ очистки поверхностно-активного вещества, нового состава, содержащего жирнокислотные моно- и ди-эфиры сахарозы, жирнокислотные моно-, ди- и триглицериды и жирнокислотные мыла.

Поставленная цель достигается путем обработки поверхностно-активного вещества, указанного состава, раствором соли металла группы 2 или 3,

в воде или алканоле, содержащем от 1 до 4 атомов углерода.

Способ очистки сложных эфиров сахарозы, содержащих сложные моно-, ди-эфиры сахарозы и жирной кислоты, моно-, ди- и три-глицериды жирных кислот и мыла на основе жирных кислот, заключается в том, что данные сложные эфиры сахарозы обрабатывают раствором соли металла группы 2 или 3 периодической системы в воде или низшем спирте, с последующей экстракцией нижним спиртом целевого продукта и упариванием экстракта в случае использования водного раствора соли металла или упариванием жидкой фазы в случае использования спиртового раствора соли металла, наиболее предпочтительным вариантом является предварительная экстракция исходных сложных эфиров сахарозы метилэтилкетонем, этилацетатом или 1,2-дихлорэтаном, или дополнительная обработка твердого продукта, полученного после обработки исходного сырья раствором соли металла, метилэтилкетонем, этилацетатом или 1,2-дихлорэтаном.

**П р и м е р 1.** 50,79 кг твердого жира и 6,0 кг поверхностно-активного вещества (неочищенного) полученного ранее в подобной реакции, смешивают в 200 литровом реакторе при использовании четырех якорных мешалок типа Сильверсон (Silverson), обеспечивающих интенсивное перемешивание при скорости вращения 3000 об/мин, при пропускании водяного пара через наружную рубашку, которой снабжен реактор. По достижении температуры образующейся суспензии 125°С добавляют 21,59 кг сахарозы (кристаллический сахар средней величины кристалла) и 6,35 кг безводного карбоната калия, и перемешивание продолжают. Реакционная смесь начинает загустевать приблизительно через 1,5 ч и через приблизительно 5 ч начинается циркуляция через рубашку, расположенную вокруг реактора, охлаждающей воды с целью поддержания температуры смеси при 125°С. Перемешивание прекращают через 12 ч и смеси дают возможность охладиться и затвердеть, получая приблизительно 83 кг воскообразного поверхностно-активного вещества. Это вещество, содержит вес. %: 35 мыла, 13,3 моноглицериды, 12,1 диглицериды, 12,0 сахара, 17,1 моноэфир сахарозы и приблизительно 3 диэфир сахарозы. 1 кг этого вещества превращают в чешуйки и добавляют 2,5 л водного раствора, содержащего 160 г хлористого кальция. Смесь перемешивают с целью получения пульпы с величиной рН 7,4, которую нагревают при 35°С. В течение 15 мин под вакуумом, обеспечиваемым водяным насосом, в ротационном выпарном аппарате для коагуляции твердых веществ и удаления не-

которого количества воды. После этого смесь отфильтровывают (спекшееся стекло) и отжаты на фильтре осадок твердых веществ прессуют для удаления по возможности большего количества воды.

Образующийся влажный отжаты на фильтре осадок перемешивают с 2х3 л этилацетата. Смеси дают возможность отстояться и экстракт селективной сольвентной очистки отделяется. Этот экстракт может быть упарен с получением воскообразного остатка (приблизительно 180г), содержащего моно-, ди- и триглицериды, которые, если это необходимо, могут быть очищены дополнительно.

Остаток (приблизительно 500 г), полученный в результате экстракции этилацетатом, смешивают с 2х2 литрами изопропилового спирта и смесь отфильтровывается (отсасывание, спекшееся стекло), а фильтрат выпаривают досуха с выходом коричневого мягкого воскообразного вещества (130 г), содержащего вес. %: 80 моноэфир и диэфир сахарозы наряду с приблизительно 10 сахарами 2,3 моноглицеридом и 6,7 мыла.

**П р и м е р 2.** 200 г неочищенного продукта реакции, полученного по примеру 1, превращают в чешуйки и добавляют к раствору хлористого кальция (32 г) в воде (500 мл). Суспензию перемешивают при температуре 60-70°С для коагуляции твердого вещества. После этого суспензию отфильтровывают и твердое вещество промывают рассолом (15 г хлористого натрия в 250 мл воды) и сушат. После этого сухое вещество добавляют к изопропиловому спирту (2,6 л 45°С) и смесь интенсивно перемешивают в течение 30 мин. После этого смесь отфильтровывают и фильтрат выпаривают досуха. Газо-жидкостной хроматографический анализ полученного остатка, вес. %: моноглицериды 18,3, диглицериды 18,1, триглицериды 5,5, моноэфиры сахарозы 40,1, диэфиры сахарозы 18,0.

**П р и м е р 3.** Хлористый кальций (13,03 г) растворяется в изопропиловом спирте (3 л) при 40°С. 200 г неочищенного продукта реакции, полученного по примеру 1, превращаются в чешуйки и добавляют к тепловому раствору и смесь интенсивно перемешивают в течение 2 ч. После этого смесь отфильтровывают и фильтрат выпаривают досуха. Газо-жидкостной хроматографический анализ высушенного остатка, вес. %: моноглицериды 24,56, диглицериды 16,31, триглицериды 14,32, моноэфиры сахарозы 37,32, диэфиры сахарозы 14,34, сахара 2,65.

**П р и м е р 4.** 200 г неочищенного продукта реакции, полученного по примеру 1, добавляют к сухому 1,2-дихлорэтану (3 л) и суспензию перемешивают

в течение 3 ч и оставляют на ночь. Твердое вещество отфильтровывают и высушивают.

Хлористый кальций (13,03 г) растворяют в изопропиловом спирте (2,25 л) при 40°C. Высушенное твердое вещество добавляют к теплomu изопропанольному раствору и суспензию перемешивают с высокой скоростью в течение 3 ч. После этого смесь отфильтровывают и фильтрат выпаривают досуха. Газо-жидкостной хроматографический анализ высушенного остатка, вес.%, моноглицериды 14,24, мыла 10,90, моноэфиры сахарозы 49,36, диэфиры сахарозы 24,63, сахароза 1,68.

Пример 5. 200 г неочищенного трансэтерифицированного продукта, полученного по примеру 1, обрабатывают 50 г аммонийсульфатом алюминия  $(\text{Al}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  в 2 л воды при комнатной температуре. После этого смесь отфильтровывают и темнокоричневое высушенное вещество (177 г) экстрагируют этилацетатом и изопропиловым спиртом по примеру 1 с выходом подобного продукта. Побочным продуктом обработки является алюминиевое мыло, которое находит промышленное применение, например, в консистентных смазках.

Пример 6. Обработка проводится по примеру 2 при использовании 30 г ацетата цинка  $\text{Zn}(\text{OAc})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  вместо алюминиевой соли. Высушенное твердое вещество (174 г) экстрагируют этилацетатом (2 x 6 мл), темнокоричневый высушенный твердый остаток (96 г) экстрагируется изопропиловым спиртом, как и раньше, с выходом подобного продукта.

Пример 7. Повторяется обработка солью, по примеру 1 при использовании 200 г неочищенного продукта реакции и 32 г хлористого кальция в 1 л воды. Смесь перемешивают в течение 30 мин при комнатной температуре и после этого нагревают до температуры 60-70°C для ее коагуляции. Твердые вещества суспендируют в 1 л воды, содержащей 30 г хлористого натрия, и дополнительно коагулируют при 60-70°C. Высушенные твердые вещества (177 г) после этого делят на две равные части.

Одну половину твердых веществ экстрагируют промышленным этиловым спиртом, денатурированным метиловым спиртом (приблизительно 1,5 л) с выходом экстракта сахарозоглицеридов (43 г).

Другую половину твердых веществ экстрагируют метилэтилкетонem с целью удаления смешанных глицеридов тем же образом, как и в случае с

этилацетатом. Остаток экстрагируют изопропиловым спиртом обычным способом с получением подобного продукта.

Пример 8. Повторяется обработка по примеру 3 при использовании 15,96 г гранулированного хлористого цинка вместо хлористого кальция. Смесь перемешивают в течение приблизительно 1 ч и отфильтровывают. Фильтрат выпаривают с получением 125 г сахарозоглицеридов.

Пример 9. Повторяется обработка по примеру 5 при использовании 32 г безводного сульфата магния вместо алюминиевой соли. Высушенные твердые вещества экстрагируют этилацетатом и изопропиловым спиртом, как описано раньше, с получением подобного продукта.

#### Формула изобретения

1. Способ очистки сложных эфиров сахарозы, содержащих сложные моно-, ди- эфиры сахарозы и жирной кислоты, моно-, ди- и три-глицериды жирных кислот, отличающийся тем, что, данные сложные эфиры сахарозы обрабатывают раствором соли металла группы 2 или 3 периодической системы в воде или низшем спирте, с последующей экстракцией низшим спиртом целевого продукта и упариванием экстракта в случае использования водного раствора соли металла или упариванием жидкой фазы в случае использования спиртового раствора соли металла.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что исходные эфиры сахарозы предварительно экстрагируют метилэтилкетонem, этилацетатом или 1,2-дихлорэтаном.

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что твердый продукт, полученный после обработки исходного сырья раствором соли металла, дополнительно экстрагируют метилэтилкетонem, этилацетатом или 1,2-дихлорэтаном.

Приоритет по признакам:

18.04.75 по пп. 1 и 3 при: "обрабатывают водным раствором соли металла"

13.02.76 пп. 1 и 3 при: "обрабатывают спиртовым раствором соли металла".

Источники информации

принятые во внимание при экспертизе  
1. Патент Великобритании №1295721, кл. С 2 С, опубл. 1972 г.