

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl<sup>7</sup>

C07C 31/26

C07C 29/141



# [12] 发明专利说明书

专利号 ZL 03129997.0

[45] 授权公告日 2005 年 11 月 23 日

[11] 授权公告号 CN 1228295C

[22] 申请日 2003.6.6 [21] 申请号 03129997.0

[71] 专利权人 天津大学

地址 300072 天津市卫津路 92 号

[72] 发明人 闻建平 毛国柱 刘彦忻 仝志勇

阚瑞林 杨芙蓉

审查员 侯 曜

[74] 专利代理机构 天津市学苑有限责任专利代理  
事务所

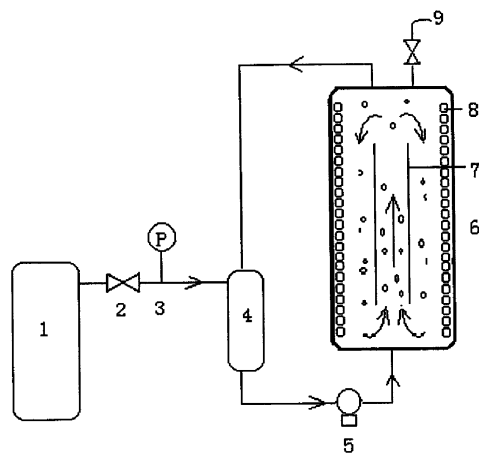
代理人 赵尊生

权利要求书 1 页 说明书 2 页 附图 1 页

[54] 发明名称 环流反应器生产山梨醇的工艺流程

[57] 摘要

本发明公开了一种环流反应器生产山梨醇的工艺流程，属于山梨醇生产技术。该过程以葡萄糖的水溶液加氢进行反应，采用包括环流反应器、高压氢气储罐、氢气缓冲罐、氢气压缩机为生产装置。其特征在于：向环流反应器投料比是，镍催化剂与葡萄糖的质量比为 1 : 20 ~ 30，葡萄糖与溶剂水的质量比为 1 : 0.8 ~ 1.2，环流反应器的操作压力为 4 ~ 6MPa，反应温度为 100 ~ 150℃，过程中未反应氢气循环使用，反应时间为 60 ~ 120 分钟。本发明的优点在于装置结构简单，无运转及密封部件，易于密封，投资小等优点，生产周期短，反应收率可高达 98% 以上，产品中山梨醇纯度可达 99% 以上。



ISSN 1008-4274

1. 一种环流反应器生产山梨醇的工艺流程，以葡萄糖的水溶液加氢进行反应，生产装置包括单导流筒或多导流筒的环流反应器、高压氢气储罐、氢气缓冲罐和氢气压缩机，采用间歇法操作，其特征在于：向环流反应器投料比是，镍催化剂与葡萄糖的质量比为 1:20~30，葡萄糖与溶剂水的质量比为 1:0.8~1.2，环流反应器的操作压力为 4~6MPa，反应温度为 100~150℃，混合反应物料在导流筒内自下而上和在导流筒之外自上而下地进行循环流动反应，未反应的氢气由环流反应器上部流出，进入氢气缓冲罐再经氢气压缩机进入环流反应器进行反应，反应时间为 60~120 分钟。

## 环流反应器生产山梨醇的工艺流程

### 技术领域

本发明涉及一种应用环流反应器生产山梨醇的工艺流程，属于山梨醇生产技术。

### 背景技术

山梨醇主要应用在医药行业、食品工业、牙膏、化妆品、化工等领域，是制取维生素 C 的起始原料。液体山梨醇可替代甘油作牙膏的保湿、赋形剂，卷烟生产用的保湿剂和甜味剂，化妆品生产用的增湿剂和软化剂，也是应用广泛的食品添加剂，可用作疗效食品和食品改性剂，因其是无糖低热甜味剂，又可用作制取胶姆糖、口香糖的原料以及糖尿病人的甜味食品；在化学工业用于生产乳化剂、增塑剂、除垢剂、粘结剂，广泛应用于皮革、造纸、纺织、塑料、橡胶、树脂、涂料等行业。

现有山梨醇的生产法，是采用釜式反应器，在反应器内装有粉末状镍催化剂，于搅拌和 4~5MPa 压力下进行葡萄糖水溶液加氢反应，反应产物主要为山梨醇，同时有副产物甘露醇产生。该工艺由于搅拌式反应器密封困难、反应器内的物料与镍催化剂充分接触性能差，使得反应选择性差，转化率及收率低，造成能耗较高、产品产量和质量不够稳定，以致产品在市场上竞争能力较小。

### 发明内容

本发明的目的在于提供一种应用环流反应器生产山梨醇的工艺流程。该工艺流程具有设备密封容易、生产效率高、产品收率高和副产物少的特点。

为达到上述目的，本发明是通过下述技术方案加以实现的。以葡萄糖的水溶液加氢进行反应，生产装置包括单导流筒或多导流筒的环流反应器、高压氢气储罐、氢气缓冲罐和氢气压缩机，间歇法生产山梨醇的工艺流程。其特征在于：向环流反应器投料比是，镍催化剂与葡萄糖的质量比为 1:20~30，葡萄糖与溶剂水的质量比为 1:0.8~1.2。环流反应器的操作压力为 4~6MPa，反应温度为 100~150℃，混合反应物料在导流筒内自下而上和在导流筒之外自上而下地进行循环流动反应，未反应的氢气由环流反应器上部流出，进入氢气缓冲罐再经氢气压缩机进入环流反应器进行反应，反应时间在 60~120 分钟完成。

本发明的优点在于所采用的环流反应器具有结构简单、无运转及密封部件、易于密

封、投资小等优点；在生产过程中，环流反应器所特有的流向确定、流动损失小、循环流动规则、混合良好等特性使反应体系能够实现良好的气液接触，能以较低的能耗产生较高的相界面面积和传质速度，同时使得所用的镍催化剂（密度约为  $4\text{g/cm}^3$ ）可以有效均匀悬浮，催化剂与物料达到充分接触，从而显著地提高了反应的速度，减少了副产物甘露醇的生成，反应时间为 60~120 分钟，收率达到 98% 以上，产品中山梨醇的含量大于 99%。

#### 附图说明

图 1 为本发明工艺流程示意图，图中 1 为高压氢气储罐，2 为氢气阀门，3 为压力表，4 为氢气缓冲罐，5 氢气压缩机，6 为环流反应器，7 为环流反应器的导流筒，8 为环流反应器内的换热管，9 为排空阀。

#### 具体实施方式

现以单导流筒的环流反应器为例，进一步说明本发明工艺过程：采用的反应器外筒直径 0.2 米，反应器高 1.3 米，内导流筒直径 0.14 米，导流筒高 0.9 米，在上述装置内投料，镍催化剂、葡萄糖、水的质量分别为 1.25kg、25kg、25kg。装置系统在通入氢气，并启动氢气压缩机，保持系统压力为 5Mpa 条件下，使物料在系统中循环流动，通过换热管使反应器内部保持  $130\sim 135^\circ\text{C}$ 。其内部环流路径为：氢气自反应器底部进入后与物料混合，在导流筒内部向上流动，流至导流筒顶部后，沿导流筒与反应器外壁间向下流动。未反应的氢气从反应器上部流出，经管道进入氢气缓冲罐后，与由高压氢气储罐导入的氢气一起被氢气压缩机通入反应器继续参与反应。

为实现系统温度的有效控制，本发明还在气升式环流反应器内设置了换热管。控制系统反应温度为  $130\sim 135^\circ\text{C}$ ，操作压力为 5Mpa，反应时间为 60~120 分钟，收率达到 98% 以上，产品中山梨醇的含量大于 99%。

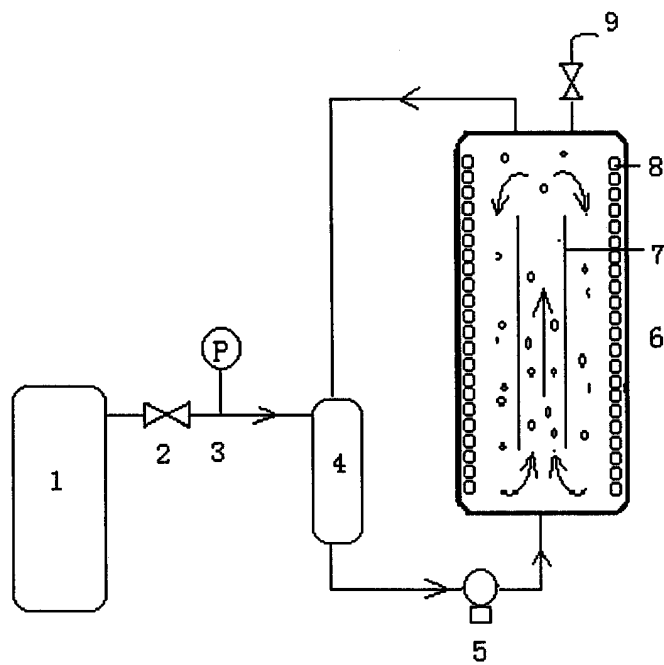


图 1