



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104470880 A

(43) 申请公布日 2015. 03. 25

(21) 申请号 201380024324. 2

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2013. 05. 09

C07C 29/80(2006. 01)

(30) 优先权数据

C07C 31/26(2006. 01)

10-2012-0050316 2012. 05. 11 KR

C07H 1/00(2006. 01)

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2014. 11. 07

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/KR2013/004077 2013. 05. 09

(87) PCT国际申请的公布数据

W02013/169029 K0 2013. 11. 14

(71) 申请人 株式会社三养吉尼克斯

地址 韩国首尔

(72) 发明人 庆岛显 郑英在 金珍旻 柳熏

(74) 专利代理机构 北京路浩知识产权代理有限公司

11002

代理人 谢顺星 张晶

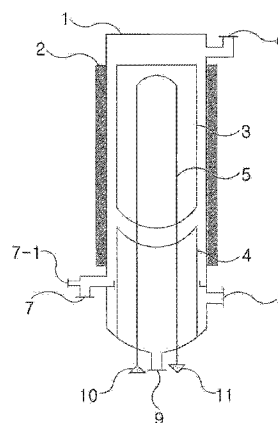
权利要求书1页 说明书8页 附图1页

(54) 发明名称

通过薄膜蒸馏制备高纯度无水糖醇的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种以氢化糖为原料的无水糖醇的制备技术,更具体地,涉及一种将酸加入到己糖醇中,从而转换成无水糖醇后,利用内藏式冷凝器薄膜蒸发器对转换反应后的结果液进行第一段蒸馏,将纯度为 97.5% 以上(更优选为 98.5% 以上)、蒸馏液 pH 为 3.7 以上(更优选为 pH4.0 以上)的高纯度无水糖醇(尤其是异山梨醇,异甘露醇,异艾杜醇等)制备成蒸馏收率为 87% 以上的(更优选为 90% 以上)的技术。



1. 一种无水糖醇的制备方法,其特征在于,所述无水糖醇的制备方法包括:
将氢化糖进行脱水反应而转换成无水糖醇的步骤,以及
将上述转换步骤中得到的结果液进行蒸馏的步骤,
所述蒸馏步骤在包括内藏式冷凝器、原料投入管线、蒸馏残渣排出管线、真空管线及蒸馏物排出管线的内藏式冷凝器薄膜蒸发器内实施。
2. 如权利要求 1 所述的无水糖醇的制备方法,其特征在于,实施蒸馏步骤时,蒸发器内部通过真空管线进行减压的同时,进一步通过蒸馏残渣排出管线进行减压。
3. 如权利要求 1 或 2 所述的无水糖醇的制备方法,其特征在于,氢化糖是己糖醇,无水糖醇是双脱水己糖醇。
4. 如权利要求 1 或 2 所述的无水糖醇的制备方法,其特征在于,将氢化糖进行脱水而转换成无水糖醇的步骤中,使用酸催化剂。
5. 如权利要求 1 或 2 所述的无水糖醇的制备方法,其特征在于,投入蒸馏步骤之前,为了除去水分及沸点低的物质,对氢化糖转换成无水糖醇的步骤中的结果液进行预处理。
6. 如权利要求 1 或 2 所述的无水糖醇的制备方法,其特征在于,所述蒸馏步骤在 100 ~ 170℃ 的温度条件下实施。
7. 如权利要求 1 或 2 所述的无水糖醇的制备方法,其特征在于,所述蒸馏步骤在 1mmHg 以下的压力条件下实施。
8. 如权利要求 1 或 2 所述的无水糖醇的制备方法,其特征在于,实施蒸馏步骤时,真空管线的真空度和蒸馏残渣排出管线的真空度相同。
9. 如权利要求 1 或 2 所述的无水糖醇的制备方法,其特征在于,蒸馏步骤后,蒸馏液的无水糖醇的纯度为 97.5% 以上,蒸馏液的 pH 为 3.7 以上,蒸馏收率为 87% 以上。
10. 如权利要求 1 或 2 所述的无水糖醇的制备方法,其特征在于,在蒸馏步骤之后,进一步包括对作为蒸馏结果物的无水糖醇进行选自吸附剂处理、离子精制及它们的组合中的后处理步骤。
11. 一种蒸馏方法,所述蒸馏方法使用具备内藏式冷凝器、原料投入管线、蒸馏残渣排出管线、真空管线及蒸馏物排出管线的内藏式冷凝器薄膜蒸发器对液态物质进行蒸馏,其特征在于,在实施蒸馏时,蒸发器内部通过真空管线进行减压的同时,进一步通过蒸馏残渣排出管线进行减压。
12. 一种内藏式冷凝器薄膜蒸发器,其特征在于,其包括内藏式冷凝器、原料投入管线、蒸馏残渣排出管线、真空管线及蒸馏物排出管线,所述蒸馏残渣排出管线具有真空形成用分支管线。

通过薄膜蒸馏制备高纯度无水糖醇的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种以氢化糖为原料的无水糖醇 (anhydrosugar alcohol) 的制备技术,更具体地,涉及一种将酸加入到己糖醇中,从而转换成无水糖醇后,利用内藏式冷凝器薄膜蒸发器 (thin film evaporator, internal condenser type) 对转换反应后的结果液进行第一段蒸馏,将纯度为 97.5% 以上 (更优选为 98.5% 以上)、蒸馏液 pH 为 3.7 以上 (更优选为 pH4.0 以上) 的高纯度无水糖醇 (尤其是异山梨醇,异甘露醇,异艾杜醇等) 制备成蒸馏收率为 87% 以上的 (更优选为 90% 以上) 的技术。

背景技术

[0002] 淀粉是具有代表性的生物物质,会成为今后将要开展的能够成为环保绿色产业的主要原料的材料。尤其是在主要利用石油资源的塑料产业中使用淀粉,因此淀粉是一种可以积极应对全球变暖代表性问题中的二氧化碳问题的材料。但是,如果将淀粉本身直接用于塑料产业,会很难克服淀粉所具有的物理性限制。

[0003] 可以利用源自淀粉的己糖醇来制备无水糖醇,其在医药产业、化学产业等领域中的利用度非常广。无水糖醇的衍生物对心脏及血管疾病有益,可以用于斑片粘合剂 (패치 접착제)、口腔清洁剂等药剂中,也可以应用于化妆品组合物。并且,利用无水糖醇制备聚酯、聚氨酯、环氧树脂等时,可以赋予树脂多种物理性质。而且无水糖醇也可以用作塑料增塑剂及有机溶剂的原料。在树脂制备领域中,使用无水糖醇,可以更环保地制备耐热性 PET,聚酯纤维,高强度片材、薄膜、聚氨酯等。

[0004] 利用己糖醇制备无水糖醇的技术,已经被很多专利所介绍,其制备方法大致可以分为分批工序 (회분공정) (Batch process: starch/starche vol. 38. pp26-30, 及美国授权专利第 3,454,603 号,第 4,564,692 号及第 4,506,086 号等) 和连续工序 (Continuous process: 国际专利公开第 W000/14081 号) 两大类。

[0005] 在一般的分批工序中,利用酸催化剂 (例如,无机酸、阳离子树脂,沸石等),将己糖醇分批式化学反应器中,在减压条件下进行脱水反应后,对结果物进行选自蒸馏、再结晶 (recrystallization, 例如,利用丙酮、乙醇、乙酸乙酯、水等)、熔融结晶化 (melting crystallization)、活性炭纯化、离子纯化等精制等精制过程中的一种或两种以上工序,从而制备无水糖醇。相反地,如国际专利公开第 W000/14081 号中所介绍的连续工序中,则是利用有机溶剂对反应过程中产生的无水糖醇进行连续的提取及分离,对有机溶媒进行再循环,连续地制备无水糖醇。

[0006] 为了经济性地生产无水糖醇,在转换反应液中,需要一种能够从转换反应液中在短时间内以高收率及高纯度蒸馏出无水糖醇的技术。

[0007] 对完成脱水反应的转换液进行蒸馏的蒸馏技术中,已知有分批蒸馏 (batch distillation) 或转换反应后,简单地从反应器中直接减压蒸馏无水糖醇的简单蒸馏 (simple distillation) 技术。

[0008] 分批蒸馏或简单蒸馏方式所需的蒸馏时间长,很难做到商业性规模的经济生产。并且,如果在低温下(例如,170℃以下)蒸馏转换反应液,所花费的蒸馏时间长,在相对高的温度下(例如170℃以上)进行蒸馏的情况下,虽然能缩短蒸馏时间,但因无水糖醇在170℃以上的温度下会进行热分解,从而会产生甲酸(formic acid)、糠醛(furfural)等副产物,这样会出现反应产物纯度低,蒸馏液的pH降低等问题。即,分批蒸馏或简单蒸馏方式的蒸馏液的滞留时间相对较长,与后述的薄膜蒸馏方式相比,需要在高的温度下实施蒸馏,从而会诱发无水糖醇的热分解,存在蒸馏液的纯度及收率降低的问题,为了避免这类热分解,只能使用添加剂。

[0009] 从转换反应液中蒸馏无水糖醇的过程中,为了克服分批蒸馏或简单蒸馏方式中存在的上述缺点,在美国授权专利第7,439,352号中公开有以下方法。即,用外藏式冷凝器薄膜蒸馏(wipes film evaporation)方式蒸馏无水糖醇的技术。在上述美国专利公开的薄膜蒸馏技术中,冷凝器(condenser)在蒸馏器外部工作,在该情况下,在蒸馏器内从技术层面上能够形成的高真空环境最大至1mmHg,在这样的真空度下,蒸馏温度需要为170℃或其以上才能有效地实施蒸馏。然而,如以上所述的那样,在170℃以上的蒸馏温度下,异山梨醇等无水糖醇会进行热分解,其结果,蒸馏收率和蒸馏纯度会降低。因此,上述美国专利中单一步骤蒸馏结果物的纯度是约97.1%的水平,蒸馏收率是约80%的水平,在商业规模的大规模的生产工序中,这类程度的纯度及收率仍然不适合。

[0010] 因此,目前需要一种仅通过转换反应液的一个步骤的处理,就能够提供适合于商业规模的大规模生产工序水平的高纯度及高收率的无水糖醇的制备技术。

发明内容

[0011] 要解决的技术问题

[0012] 本发明的目的是为了解决前述现有技术中的问题而提出的,本发明以提供一种将氢化糖转换成无水糖醇后,仅通过一个步骤的蒸馏处理,就能够制备适合于商业规模的大规模生产工序水平的高纯度及高收率的无水糖醇的制备方法作为技术问题。

[0013] 技术方案

[0014] 为了解决上述问题,本发明提供一种无水糖醇的制备方法,其特征为,所述无水糖醇的制备方法包括:将氢化糖进行脱水反应而转换成无水糖醇的步骤,以及将上述转换步骤中得到的结果液进行蒸馏的步骤,所述蒸馏步骤在包括内藏式冷凝器、原料投入管线(line)、蒸馏残渣排出管线、真空管线及蒸馏物排出管线的内藏式冷凝器薄膜蒸发器内实施。

[0015] 根据本发明优选的一实施方式,在上述本发明的无水糖醇的制备方法中,在实施蒸馏步骤时,蒸发器内部通过真空管线进行减压的同时,进一步通过蒸馏残渣(residue)排出管线进行减压。

[0016] 根据本发明的另一实施方式,提供一种内藏式冷凝器薄膜蒸发器,其特征为,其包括内藏式冷凝器、原料投入管线、蒸馏残渣排出管线、真空管线及蒸馏物排出管线,所述蒸馏残渣排出管线具有真空形成用分支管线。

[0017] 有益效果

[0018] 根据本发明,将氢化糖转换成无水糖醇后,仅通过一个步骤的蒸馏处理就能够制

备适合于商业规模的大规模生产工序水平的高纯度（纯度 97.5% 以上，更优选为 98.5% 以上；蒸馏液 pH 为 3.7 以上，更优选为 pH4.0 以上）及高收率（蒸馏收率为 87% 以上，更优选为 90% 以上）的无水糖醇。

附图说明

[0019] 图 1 为本发明的无水糖醇的制备方法中可使用的内藏式冷凝器薄膜蒸发器结构的优选具体例的概略示意图。

具体实施方式

[0020] 以下，对本发明进行更详细的说明。

[0021] 本发明的无水糖醇的制备方法包括，将氢化糖进行脱水反应而转换成无水糖醇的步骤。

[0022] 上述氢化糖 (hydrogenated sugar) 一般也称为糖醇 (sugar alcohol)，表示在糖类具有的还原性末端基上附加氢而获得的化合物。氢化糖根据碳数量分为丁糖醇 (tetritol)、戊糖醇 (pentitol)、己糖醇 (hexitol) 及庚糖醇 (heptitols) (碳数量分别为 4、5、6 及 7)。其中，碳数量为 6 的己糖醇包括山梨醇、甘露醇、艾杜醇、半乳糖醇等，山梨醇和甘露醇是效用性尤其高的物质。

[0023] 本说明书中所述‘无水糖醇’表示通过任一方式在一个以上步骤中，从所述氢化糖（或糖醇）原来的内部结构中去掉一个以上的水分子而获得的任一物质。

[0024] 本发明中优选将己糖醇作为氢化糖使用。更优选地，使用从山梨醇、甘露醇、艾杜醇及它们的混合物中选取的氢化糖。

[0025] 因此，本发明中优选获得己糖醇的脱水物质双脱水己糖醇作为上述无水糖醇。更优选地，获得选自异山梨醇 (1, 4-3, 6- 双脱水山梨糖醇)、异甘露醇 (1, 4-3, 6- 双脱水甘露醇)、异艾杜醇 (1, 4-3, 6- 双脱水艾杜醇) 及它们的混合物的无水糖醇。其中，异山梨醇的产业及医药利用度尤其高。

[0026] 所述氢化糖通过脱水反应转换为无水糖醇。对于将氢化糖进行脱水的方法，没有特殊的限制，可以直接使用本技术领域所公开的公知的方法，或者可以适当地进行变形而使用。

[0027] 使氢化糖脱水而转换为无水糖醇时优选使用酸催化剂。更优选地，可以使用第 1 酸及第 2 酸的混合酸。关于酸催化剂，当使用单一酸催化剂时，可以使用硫酸、盐酸、磷酸等；当使用混合酸时，可以使用硫酸作为第一酸、可以使用选自对甲苯磺酸、甲烷磺酸、乙烷磺酸、苯磺酸、萘磺酸及硫酸铝中的一种以上的含硫磺的酸盐作为第二酸。酸催化剂的使用量优选为氢化糖（例如，己糖醇）每 100 重量份中使用 0.5 至 10 重量份。如果酸催化剂量过少于上述范围时，转换为无水糖醇所需的时间会变长；相反，如果酸催化剂量过多于上述范围时，会存在糖类高分子生成增多且转换率降低的问题。

[0028] 根据本发明的一实施例，将氢化糖转换为无水糖醇的步骤可以在如上所述的酸催化剂存在的情况下，在 100 ~ 190℃ 温度及 20mmHg 以下的压力条件下进行 1 ~ 10 小时。

[0029] 在进行氢化糖的脱水反应时使用酸催化剂的情况下，反应结果液体优选被中和。中和可以在完成脱水反应后通过降低反应结果液的温度（例如，100℃ 以下）并加入氢氧化

钠等已知的碱性物质来进行。被中和的反应结果液的 pH 优选为 6 ~ 8。

[0030] 根据本发明的无水糖醇的制备方法的一优选实施例,氢化糖转换为无水糖醇步骤中的结果液可以在进入蒸馏步骤之前进行预处理。所述预处理是为了去除转换步骤的结果液中残留的水分及沸点低的物质,通常可以在温度 90℃ ~ 110℃ 及 10mmHg ~ 100mmHg 压力条件下,对转换步骤中的结果液搅拌 1 个小时以上(例如,1 ~ 4 小时)而进行,但并不限定于此。

[0031] 氢化糖转换成无水糖醇的步骤中的结果液(优选为经过上述预处理后的结果液)在内藏式冷凝器薄膜蒸发器内进行蒸馏。

[0032] 在图 1 中概略地示出了本发明的无水糖醇的制备方法蒸馏步骤中可使用的内藏式冷凝器薄膜蒸发器结构的优选的一个具体例。根据图 1 的内藏式冷凝器薄膜蒸发器 1 具备内藏式冷凝器 5、原料投入管线 6、蒸馏残渣排出管线 7、真空形成用分支管线 7-1、真空管线 8 及蒸馏物排出管线 9,此外还包括用于加热的加热套(가열 자켓)、滑动片 3(wiper)、冷凝器保护装置(응축기 가드) 4 及冷却水流入/流出管线 10 及 11。本发明中可使用的内藏式冷凝器薄膜蒸发器不仅限于图 1 示出的结构,除了上述组成部分外,根据需要还可以进一步包括其它部分,其形态也可以是多样的。

[0033] 蒸馏步骤可以在优选为 100 ~ 200℃、更优选为 100 ~ 170℃、进一步优选为 110 ~ 160℃ 的温度条件下有效地实施。如果蒸馏温度不足 100℃ 时,无水糖醇的蒸馏不能有效地实施。相反,如果蒸馏温度高于 200℃ 时,无水糖醇会被碳化或生成高分子物质,因显色物质的形成会使颜色加深,从而导致难以脱色,而且因无水糖醇在高温下被热分解,从而生成甲酸(formic acid)、糠醛(furfural)等副产物,这样会降低蒸馏结果液的纯度和 pH,从工业方面来说不优选。

[0034] 在上述优选的温度条件下,蒸馏步骤的压力条件(蒸发器内部)优选为 10mmHg 以下(例如,0.0001 ~ 10mmHg),更优选为 5mmHg 以下(例如,0.001 ~ 5mmHg),进一步优选为 1mmHg 以下(例如,0.01 ~ 1mmHg,更具体为 0.1 ~ 0.7mmHg)。如果蒸馏压力高于 10mmHg,则为了蒸馏出无水糖醇,需要调高蒸馏温度,但这种情况下会发生与上述同样的问题。与此相反,为了降低蒸馏压力,还需要高真空装置费用,因此不优选低的蒸馏压力。

[0035] 根据本发明优选的一个具体例,执行蒸馏步骤时,蒸发器内部通过真空管线进行减压的同时,进一步可通过蒸馏残渣排出管线进行减压。

[0036] 通过现有的外藏式冷凝器薄膜蒸馏方式无法获得 1mmHg 以下的高真空条件,因此,存在需要提高蒸馏温度的缺点。然而在使用内藏式冷凝器薄膜蒸发器的本发明中,可以更有效地降低蒸馏器内的压力,更优选地,通可以过蒸馏残渣排出管线的进一步减压,从而将蒸馏器内的压力降至 1mmHg 以下,从而进一步降低蒸馏温度(例如 170℃ 以下,至 100℃),防止无水糖醇目标物质的热分解,能进一步提高蒸馏物纯度及收率。不仅如此,更有选地,通过蒸馏残渣排出管线的进一步减压,能够改善蒸馏残渣流动(residue stream)的流动性,由此还能够解决因蒸馏残渣引起的冷凝器污染问题。

[0037] 尤其是,随着蒸馏温度的降低,可以获得蒸馏液 pH 得到改善的效果。作为无水糖醇的异山梨醇被热分解会产生甲酸、糠醛等副产物,这些副产物起到降低蒸馏液 pH 的作用,蒸馏液的 pH 越低,会使制备的异山梨醇的稳定性下降。因此,有必要通过离子精制来

使最终蒸馏液的 pH 维持在 6.0 以上。但是如果蒸馏时因温度高而产生大量的上述副产物时,在之后的离子精制中,会发生超负荷的问题。本发明可以有效降低蒸发器内的压力,并且进一步降低蒸馏温度,可以阻止上述热分解副产物的产生,因此能够提高蒸馏结果液的 pH,其结果,可以减少蒸馏步骤之后的离子精制步骤中的负荷,从而可以更经济地制备无水糖醇。根据本发明优选的一个具体例,蒸馏温度可以降低到 145℃,其结果可以获得纯度为 98.5% 以上(例如,98.5~100%)、蒸馏液 pH 为 4.0 以上(例如,4.0~7.0)的无水糖醇,所述无水糖醇的蒸馏收率可以为 90% 以上(例如,90%~100%)。

[0038] 对于本发明优选的一个具体例,通过蒸馏残渣排出管线进一步对蒸发器内部进行减压的方法没有特别的限制。例如,可以将连接在真空管线的真空泵一通连接到残渣排出管线的真空形成用分支管线上,从而使蒸馏残渣排出管线和真空管线具有相同的真空度,也可以在蒸馏残渣排出管线的真空形成用分支管线上连接其它真空泵,从而与真空管线相比,具有独立的真空度。

[0039] 参照图 1,对在蒸馏残渣排出管线的真空形成用分支管线和真空管线上连接同一个真空泵进行蒸馏的具体例进行说明如下。

[0040] 现有的薄膜蒸馏方式中真空泵(未图示)仅连接在真空管线 8 上,因此,在蒸发器内部压力的相对大小为[真空管线 8<冷凝器保护装置 4 内侧<冷凝器保护装置 4 外侧=蒸馏残渣排出管线 7]。这时,因蒸馏残渣排出管线的压力高于冷凝器的内侧及外侧,蒸馏残渣的流动会受到影响。相反,根据本发明优选的一个具体例,在真空管线和蒸馏残渣排出管线的真空形成用分支管线 7-1 上连接相同的真空泵进行工作时,蒸发器内部压力的相对大小会变为[真空管线 8=蒸馏残渣排出管线 7<冷凝器保护装置 4 外侧=冷凝器保护装置 4 内侧],从而能够更有效地维持高真空状态,蒸馏残渣的流动也能有效地得到提升。上述“=”表示相同或类似程度的压力水平。

[0041] 本发明的无水糖醇的制备方法,在所述蒸馏步骤之后,可进一步包括对作为蒸馏结果物无水糖醇进行选自吸附剂处理、离子精制及它们的组合中的后处理的步骤。

[0042] 上述吸附剂处理用于脱色,可以使用活性炭等公知的吸附剂并根据常用的吸附剂处理方法来实施。对于所述活性炭,可以使用选自将植物界原料或矿物界原料进行活化而获得的活性炭中的一种以上。所述植物界原料有木材、椰子等,所述矿物界原料有褐炭、火焰煤、沥青碳、无烟碳等。

[0043] 所述离子精制用于去除无水糖醇内可能存在的离子。根据可能存在的离子种类,可以使用选自强阳离子性、弱阳离子性、强阴离子性及弱阴离子性离子交换树脂中的一种以上来实施 1 次以上。

[0044] 根据本发明优选的一个具体例,将作为氢化糖的己糖醇转换成无水糖醇后,仅通过 1 个步骤的蒸馏处理,就能够获得纯度为 98.5% 以上、蒸馏液 pH 为 4.0 以上的高纯度无水糖醇,其蒸馏收率为 90% 以上。之后进一步进行吸附剂脱色及离子精制过程,则可以得到白色的异山梨醇。

[0045] 根据本发明优选的一个具体例的蒸馏方法,可以优选用于无水糖醇的蒸馏中,也可以适用于其它物质的蒸馏中。在该观点下,根据本发明的另一方面,提供一种蒸馏方法,所述蒸馏方法使用具备内藏式冷凝器、原料投入管线、蒸馏残渣排出管线、真空管线及蒸馏物排出管线的内藏式冷凝器薄膜蒸发器对液态物质进行蒸馏,其特征为,在实施蒸馏时,蒸

发器内部通过真空管线进行减压的同时,进一步通过蒸馏残渣排出管线进行减压。

[0046] 根据本发明的另一方面,提供一种内藏式冷凝器薄膜蒸发器,其特征为,其包括内藏式冷凝器、原料投入管线、蒸馏残渣排出管线、真空管线及蒸馏物排出管线,所述蒸馏残渣排出管线具有真空形成用分支管线。其特征在于,上述蒸馏残渣排出口具有真空形成用分枝口。对于本发明的内藏式冷凝器薄膜蒸发器的具体例及其使用例与前述的一样,但不被其限制。

[0047] 以下,通过实施例及比较例更具体的说明本发明。但是下述实施例只是为了有助于本发明的理解,本发明的范围并不限定于此。

[0048] [实施例]

[0049] 实施例 1

[0050] 将山梨醇粉末(D-山梨醇,SAMYANG GENEX 株式会社)10,000g,放入带有搅拌器的分批式反应器中,升温至 110℃使其溶解,然后投入硫酸(德山化工)100g 和甲烷磺酸(德山化工)42g,将反应器温度升温至约 140℃。在约 30mmHg 的减压条件下,进行脱水反应后,转换成无水糖醇。完成脱水反应后,将反应混合物温度降至 110℃,然后添加约 300g 的 50% 氢氧化钠溶液(三田纯药(삼전순약)株式会社),中和反应结果液。再将中和的结果液的温度调至 100℃后,在 40mmHg 以下的减压条件下,浓缩 1 个小时以上,从而除去结果液内存在的水分及沸点低的物质。完成中和及水分去除后,对结果液进行分析的结果,山梨醇的转换率为 74%,结果液内山梨聚糖及山梨聚糖异构体的含量为 1 重量%,此外的高分子含量为 15%。

[0051] 利用内藏式冷凝器薄膜蒸发器,将完成中和及水分去除的转换结果液在蒸馏温度 170℃,蒸馏器内部压力 0.70mmHg 的条件下,进行蒸馏。这时,除了真空管线之外,在蒸馏残渣排出管线的真空形成用分支管线上也额外连接真空泵实施蒸馏,在 1.40mmHg 以下的蒸发器内部压力下,也可实施连续蒸馏。得到的蒸馏液(distillate)内的异山梨醇的纯度为 97.5%,蒸馏液 pH 为 3.70,蒸馏液的颜色为黄色,蒸馏收率为 92.0%,蒸馏时间是 4 小时以下。

[0052] 结果物采用气相色谱分析器(GC, gas chromatography, HP)进行分析。

[0053] - 转换率:[生成的无水糖醇 mole/投入的己糖醇(山梨醇)mole]×100

[0054] - 蒸馏收率:[蒸馏物内无水糖醇 wt% / 转换结果液内无水糖醇 wt%]×100

[0055] 实施例 2

[0056] 将实施例 1 中得到的完成了中和及水分去除的转换结果液进行薄膜蒸馏。除了将蒸馏温度设为 160℃、蒸发器内部压力设为 0.45mmHg 以外,使用与实施例 1 相同的薄膜蒸发器,以相同的方式实施蒸馏。得到的蒸馏液内异山梨醇的纯度为 98.5%,蒸馏液 pH 为 4.00,蒸馏液的颜色为黄色,蒸馏收率为 92.0%,蒸馏时间为 4 小时以下。

[0057] 实施例 3

[0058] 将实施例 1 中得到的完成了中和及水分去除的转换结果液进行薄膜蒸馏。除了将蒸馏温度设为 150℃、蒸发器内部压力设为 0.14mmHg 以外,使用与实施例 1 相同的薄膜蒸发器,以相同的方式实施蒸馏。得到的蒸馏液内异山梨醇的纯度为 98.5%,蒸馏液 pH 为 4.50,蒸馏液的颜色为黄色,蒸馏收率是 91.6%,蒸馏时间为 4 小时以下。

[0059] 实施例 4

[0060] 将实施例 1 中得到的完成了中和及水分去除的转换结果液进行薄膜蒸馏。除了将蒸馏温度设为 145℃、蒸发器内部压力设为 0.10mmHg 以外,使用与实施例 1 相同的薄膜蒸发器,以相同的方式实施蒸馏。得到的蒸馏液内异山梨醇的纯度为 98.5%,蒸馏液 pH 为 4.75,蒸馏液的颜色为黄色,蒸馏收率为 92.0%,蒸馏时间为 4 小时以下。

[0061] 实施例 5

[0062] 将实施例 1 中得到的完成了中和及水分去除的转换结果液进行薄膜蒸馏。除了将蒸馏温度设为 170℃、蒸发器内部压力设为 1.40mmHg、真空形成用分支管线上没有连接真空泵以外,使用与实施例 1 相同的薄膜蒸发器,以相同的方式实施蒸馏。得到的蒸馏液内异山梨醇的纯度为 97.6%,蒸馏液 pH 为 3.70,蒸馏液的颜色是黄色,蒸馏收率为 87.0%,蒸馏时间为 4 小时以下。

[0063] 比较例 1

[0064] 将实施例 1 中得到的完成了中和及水分去除的转换结果液进行薄膜蒸馏。使用了外藏式冷凝器薄膜蒸发器,也没有进行通过蒸馏残渣排出管线进一步实施的减压处理。蒸馏温度是 180℃,蒸馏器内部压力约为 3.0mmHg。得到的蒸馏液内异山梨醇的纯度为 96.6%,蒸馏液 pH 为 3.50,蒸馏液的颜色为黄色,蒸馏收率为 78.0%,蒸馏时间是 4 小时以下。

[0065] 比较例 2

[0066] 将实施例 1 中得到的完成了中和及水分去除的转换结果液进行薄膜蒸馏。除了将蒸馏温度设为 170℃、蒸发器内部压力设为约 2.0mmHg 以外,使用与比较例 1 相同的外藏式薄膜蒸发器,以相同的方式实施蒸馏。得到的蒸馏液内异山梨醇的纯度为 97.2%,蒸馏液 pH 为 3.70,蒸馏液的颜色是黄色,蒸馏收率为 80.2%,蒸馏时间为 4 小时以下。

[0067] 表 1 根据蒸馏条件的变化得到的异山梨醇的纯度、蒸馏液的 pH 及蒸馏收率

[0068]

	蒸馏条件 (温度, 压力)	纯度 (%)	蒸馏液 pH	蒸馏收率 (%)
实施例 1	170℃, 0.70mmHg	97.5	3.70	92.0
实施例 2	160℃, 0.45mmHg	98.5	4.00	92.0
实施例 3	150℃, 0.14mmHg	98.5	4.50	91.6
实施例 4	145℃, 0.10mmHg	98.5	4.75	92.0
实施例 5	170℃, 1.4mmHg	97.6	3.70	87.0
比较例 1	180℃, 3.0mmHg	96.6	3.50	78.0
比较例 2	170℃, 2.0mmHg	97.2	3.70	80.2

[0069] 附图标记说明

[0070] 1: 薄膜蒸发器

2: 加热套

[0071] 3: 滑动片

4: 冷凝器保护装置

[0072]	5 :内藏式冷凝器	6 :原料投入管线
[0073]	7 :蒸馏残渣排出管线	7-1 :真空形成用分支管线
[0074]	8 :真空管线	9 :蒸馏物排出管线
[0075]	10 :冷却水流入管线	11 :冷却水流出管线

