申請日期	85. 12. 05
案號	85115031
類別	C07H3/02,1/0 Int. Cl[6]

A4
C4

（以上各欄由本局填註）

發明 ~~新型~~ 專利說明書 474942

一、發明 ~~新型~~ 名稱	中文	製造結晶型D-葡萄糖醇之方法
	英文	"PROCESS OF PRODUCING CRYSTALLINE D-SORBITOL"
二、發明 ~~創作~~ 人	姓名	1.派卓 格特曼 2.傑克博 溫森巴特
	國籍	均德國
	住、居所	1.德國柯柏格D-61476史曲拉街8號 2.德國伊德斯坦D-65510荷魯德維路5號
三、申請人	姓名（名稱）	德商金屬公司
	國籍	德國
	住、居所（事務所）	德國法蘭克福
	代表人姓名	亨瑞芝·高斯 博士 哈拉德·雷格 博士

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

裝 訂 線

（由本局填寫）

承辦人代碼：	A6 B6
大　　類：	
ＩＰＣ分類：	

本案已向：

國（地區）	申請專利，申請日期：	案號：	，□有　□無主張優先權
德	1996.7.23	19629 640.4	

有關微生物已寄存於：　　，寄存日期：　　，寄存號碼：

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄）

裝　訂　線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

五、發明說明（1 ）

本發明係關於在眞空中蒸發水性D-葡萄糖醇溶液，接著熔融結晶蒸發過程中得到之D-葡萄糖醇熔融物，製造結晶型D-葡萄糖醇之方法。

D-葡萄糖醇屬於六氫醇，且實驗式爲$C_6H_{14}O_6$。D-葡萄糖醇係由D-葡萄糖經過電解還原或催化性氫化製成。D-葡萄糖醇具甜味，且用作糖替代物，且亦用於化粧品及製藥工業中，且用於製造聚醚及界面活性劑。D-葡萄糖醇依α-，β-及γ-改質結晶，其中γ-改質爲熱力安定形。D-葡萄糖醇係依濃縮水溶液或固體之形式使用，結晶形式用作工業之主原料。爲確保固體結晶型D-葡萄糖醇之易操作，應希望依γ-改質大量存在，因此形式不只熱力安定，而且比較上吸濕性低。

由DE-A 32 45 170已知製造具有改良之造粒性之葡萄糖醇之方法，其中結晶葡萄糖醇之溶液在低於170℃之溫度下氫化，因此製得之葡萄糖醇溶液在140至170℃間之溫度下噴霧乾燥，因此所得產物之含水量低於1%。

由DE-C 23 50 619中已知在容器中藉由導入熔融及粒狀葡萄糖醇，連續製造結晶葡萄糖醇之方法，其中因此製得之塊體移動維持於高溫下。此製程中，具有超過90%乾燥物質之依粒狀、片狀、糊狀或條狀形式之離子化葡萄糖醇依熔融條件伴隨20至80 wt%粒徑低於5毫米之葡萄糖醇粉末連續導入容器中，因此製得之塊體藉由使具有水平軸，或水平傾斜軸之開放容器轉動攪拌，熔融葡萄糖醇或葡萄糖醇粉末於其中塗佈於攪拌塊體之表面上。攪拌塊體維持

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製
本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

五、發明說明（2）

在超過90℃之溫度下，且主要沈澱在攪拌塊體表面上之較大粒子由於溢流而收集在轉動容器之出口處，且因此進行使葡萄糖醇結晶之熟成階段。熔融結晶前需提供眞空蒸發用之槽，其使用於使葡萄糖醇溶液之乾燥內容物超過98 wt%。

DE-A 37 32 141中列出製造固態葡萄糖醇之已知方法。此等製程之一中，葡萄糖醇溶液在眞空中蒸發，直到得到幾乎無水之熔融物爲止。冷卻時，可能藉由加入結晶型葡萄糖醇，熔融物固化，且粉塵狀葡萄糖醇係由固化熔融粒子之粉碎及研磨製成。然而，因此製得之產物具有非常廣之粒徑，且γ-葡萄糖醇之內容物有大的偏差。除了結晶葡萄糖醇以外，會含有相當量之無定型葡萄糖醇。此導致不良之自由流動性，且在儲存過程中，產物凝聚形成硬塊。依另一已知之方法，濃縮之葡萄糖醇溶液滴噴或粗噴在結晶葡萄糖醇之機械移動床上。移動且潤濕之結晶床係維持在60至80℃之溫度下，藉由使空氣或惰性氣體完全通過蒸發水份。相當之結晶時段後，部份固態葡萄糖醇連續抽出，同時冷卻。因此製得之產物同樣具有非常廣範圍之粒徑。當個別葡萄糖醇粒子自空氣吸收少許水份快速凝聚，形成硬塊時亦不利，且在水中之溶解時間相對地長。最後，已知另一製程，其中50至80%純葡萄糖醇溶液藉噴霧設備連續分離成極細的粒子，且同時分開之結晶型葡萄糖醇伴隨空氣導入噴霧塔中，因此噴霧之葡萄糖醇溶液以薄膜形式覆蓋結晶型葡萄糖醇粒子。爲了蒸發水份，額外地吹

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製
本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

五、發明說明（3 ）

入熱空氣流。殘留之濕氣可藉由熱空氣之溫度及熱空氣與葡萄糖醇溶液間之比率，在相對廣之限度內變化。結晶時間20至90分鐘後，乾燥產物冷卻至溫度<40℃，抽出部份產物，同時其他部份再循環至噴霧塔中。即使如此，依本方法製成之結晶型葡萄糖醇之處理性在最後分析中並無法滿意。爲了消除依已知製程製成之產物之缺點，DE-A 37 32 141提出具有改良處理性之結晶型葡萄糖醇之製法，其係依噴霧乾燥原理操作，其中50至80%水性葡萄糖醇溶液及結晶性葡萄糖醇係供給至噴霧乾燥機中。

本發明之目的係提出結晶型D-葡萄糖醇之製法，其依熔融結晶之原理操作，但沒有熔融結晶之已知缺點。依本發明製成之結晶型D-葡萄糖醇熔點應爲98至100℃，含水量<0.5 wt%，且γ-改質之含量>90%。當此產物同作工業用主材料時具有最佳之處理性。因此，應發展或改善依具有前述眞空蒸發之熔融結晶原理操作之製法，因此在超過延長之操作時段時可安全且可靠的維持產品品質，其另外要求經濟型的操作。

本發明之目的係解決含水量<0.5 wt%且高於熔融物之固化點5至15℃溫度之D-葡萄糖醇熔融物在熔融結晶器中結晶，此結晶器包含冷卻容器及裝置盤元件及混合棒之水平排列、可轉動軸，此盤元件及/或混合棒係依螺旋型式排列在軸上，且其中盤元件、混合棒及/或軸均經冷卻，且其中自熔融結晶器抽取出之結晶係藉由研磨及過篩加工，得到包含超過90% γ-改質結晶型D-葡萄糖醇之最終產物

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製
本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

五、發明說明（4 ）

。

由於本發明之熔融結晶，不再需要添加固體D-葡萄糖醇於D-葡萄糖醇熔融物中，因爲本發明之熔融結晶構造即可形成足量之結晶核。由於相對高之機械能量輸入，係受依本發明使用之混合元件之作用，而產生具有小平均粒徑之結晶，其中只包含小量之熔融物，因此最終產物明顯的不受無定型D-葡萄糖醇污染。依本發明之方法中，產物之後續熟成，即α-或β-改質中存在之無定型D-葡萄糖醇或D-葡萄糖醇轉化成γ-改質，因此可有利的去除。再者，本發明之熔融結晶有利的導致可保持低研磨操作之事實。最後，由於依本發明之熔融結晶之各別零件冷卻，因此可使熔融結晶之過程非常有利，導致最終產物之γ-改質之含量>90%之事實，因此可去除產物之後續熟成。

依本發明使D-葡萄糖醇含量爲60至80 wt%之水溶液經由在5至200毫巴，較好50至200毫巴，且溫度爲130至170℃，較好爲130至140℃，轉化成含水量<0.5 wt%之D-葡萄糖醇熔融物，且使D-葡萄糖醇熔融物冷卻至高於熔融物固化點，5至15℃，較好10至15℃溫度變成特別有利。藉由本發明之蒸發，可達到相當的脫水，因此有利的需要相對小的努力以冷卻D-葡萄糖醇熔融物。

依本發明，在薄膜蒸發器中蒸發水性D-葡萄糖醇溶液變得更有利，此裝置中，蒸發條件可非常精確的維持，且可在相當短時間內達成脫水。

依本發明之另一目的，D-葡萄糖醇熔融物冷卻至105至

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製
本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

五、發明說明（ 5 ）

115℃間之溫度，D-葡萄糖醇熔融物在熔融結晶器中之平均閉模時間為1至5小時，且自熔融結晶器抽取之結晶之平均粒徑d_{50}＜2毫米。在此等製程條件下，可安全地製得高品質之最終產物。

依本發明最後可提供連續進行之製程，其對效率之影響特別有利。依本發明連續製程所寫之操作安全性可維持無虞。

本發明之主要內容後續將參照製程流程圖詳細說明。

圖式簡單說明

圖1代表根據本發明方法之流程圖，其中：

1	代表儲槽；
2,7,8,10,16,18,20,21,22	代表管線；
3	代表薄膜蒸發器；
4	代表攪拌器；
5	代表塗擦葉片；
6	代表加熱套；
9	代表冷卻器；
11	代表熔融結晶器；
12	代表冷卻套；
13	代表可轉動軸；
14	代表盤元件；
15	代表混合棒；
17	代表研磨機；及
19	代表篩網。

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS) A4規格(210×297公釐)

裝 訂 線

五、發明說明（ 5a ）

儲槽1含有D-葡萄糖醇含量約70 wt%之水性D-葡萄糖醇溶液。此溶液係市售。D-葡萄糖醇係經由水溶液中D-葡萄糖醇之催化性氫化製成。D-葡萄糖醇製成後，水溶液純化且濃縮至D-葡萄糖醇含量約70 wt%。儲槽1配置攪拌，但並不在圖中。

經由管線2，水性D-葡萄糖醇連續供應於薄膜蒸發器3中，其中裝置有裝有一個或多個塗擦葉片5之攪拌器4。水性D-葡萄糖醇溶液依薄膜狀慢慢流下於薄膜蒸發器3之壁上，且以在加熱套6中循環之加熱介質加熱至約135℃之溫度。薄膜蒸發器3中，水自水性D-葡萄糖醇溶液移除至殘留量<0.5 wt%。水之蒸發在約100毫巴下發生，且蒸汽經管線7自薄膜蒸發器3排出。薄膜蒸發器3中產生之D-葡萄糖醇熔融物以塗擦葉片5自薄膜蒸發器之壁上連續移除，且在溫度約135℃下自薄膜蒸發器之較低部份經管線8連續流至冷卻器9，於其中冷卻至約110至115℃之溫度。此等條件下，D-葡萄糖醇熔融物具有良好之流動性，因此不妨礙

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS) A4規格(210×297公釐)

裝 訂 線

五、發明說明（6 ）

連續流動。管線8中流動之D-葡萄糖醇熔融物接近一般壓力，因此冷凝器9在一般壓力下操作。

經由管線10，溫度爲110至115℃之冷卻D-葡萄糖醇熔融物連續導入熔融結晶器11中。熔融結晶器11設計成圓柱形容器，且具有冷卻套12，熱於其中經過冷卻介質消失。另外，熔融結晶器11裝置有可轉動軸13，再於其上裝置盤元件14及混合棒15。冷卻介質經過軸13及經過盤元件14及混合棒15二者流動，因此熱亦經此等組件自熔融結晶器11消散。混合棒15係依螺旋狀排列於盤元件14上，因此盤元件14產生之輻射狀混合作用與混合棒15產生之軸向傳送作用重疊。另外，盤元件14具混合棒15提供熔融結晶器11中形成之結晶凝聚物之連通。在熔融結晶器11之前區中，D-葡萄糖醇熔融物轉化成似派斯提來(plastilina-like)之塊體。熔融結晶槽11之中間區中，冷卻器及已更固態之D-葡萄糖醇塊體以混合元件產生之機械能粉碎。熔融結晶器11之後區中，粉碎之塊體再連結，且另外產生熔融結晶器11之中及前區中形成之部份結晶型D-葡萄糖醇之內部循環。粉末狀結晶型D-葡萄糖醇自熔融結晶器11經後面之排列缸排出，其中配置垂直可調整堰，以控制熔融結晶器11中存在之D-葡萄糖醇之量，結晶型D-葡萄糖醇在40至60℃之溫度下離開熔融結晶器11。特別是混合棒15反應以防止在熔融結晶器11中形成餅。

結晶型D-葡萄糖醇經管線16送至研磨機17，產物於其中研磨。然而，當結晶型D-葡萄糖醇以平均粒徑d_{50}＜2毫米

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
訂
經濟部中央標準局員工消費合作社印製
本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

五、發明說明（7 ）

離開熔融結晶器11，則只需相當少之研磨操作，但通常平均粒徑d_{50}＜1毫米。研磨產物經管線18供至篩網19，個別需要範圍之粒徑之最終產物經管線20自其抽取出。超大之部份經管線21再循環至研磨機17，且過小之尺寸部份經管線22供至儲槽1，再於其中以攪拌溶於水性D-葡萄糖醇溶液中。

經管線20排出之最終產物之熔點約98至100℃，含水量<0.5 wt%，γ-改質之含量>90%，其中通常γ-改質之含量約爲95%。依本發明之方法製得之結晶型D-葡萄糖醇具有良好之處理性，如其具有良好的自由流動性，且儲存過程中，單獨之結晶不會凝聚。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

A5
B5

四、中文發明摘要（發明之名稱：製造結晶型D-葡萄糖醇之方法）

本發明係敘述經由於真空中蒸發水性D-葡萄糖醇，接著熔融結晶蒸發過程中得到之D-葡萄糖醇熔融物，製造結晶型D-葡萄糖醇之方法。此方法之特點爲含水量<0.5 wt%，且溫度超過熔融物固化點5至15℃之D-葡萄糖醇熔融物係在熔化結晶器中結晶，此結晶器包含冷卻之容器及裝置盤狀元件及混合棒之水平排列，可轉動之軸，且自熔化結晶器抽出之結晶係以研磨及過篩加工，得到最終產物，其中超過90%包含γ-改質之結晶型D-葡萄糖醇。

英文發明摘要（發明之名稱："PROCESS OF PRODUCING CRYSTALLINE D-SORBITOL"）

There is described a process of producing crystalline D-sorbitol through evaporation of an aqueous D-sorbitol solution in a vacuum and subsequent melt crystallization of the D-sorbitol melt obtained during the evaporation. The process is characterized in that a D-sorbitol melt with a water content < 0.5 wt-% and a temperature which is 5 to 15°C above the solidification point of the melt is crystallized in a melt crystallizer, which consists of a cooled container and a horizontally arranged, rotatable shaft equipped with disk elements and mixing bars, and that the crystals withdrawn from the melt crystallizer are processed by grinding and sieving to obtain an end product, which for more than 90 % consists of crystalline D-sorbitol of the γ-modification.

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄）

裝 訂 線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）

六、申請專利範圍

1. 一種於真空中經由蒸發水性D-葡萄糖醇及接著熔融得自蒸發過程中結晶之D-葡萄糖醇熔融物以製造結晶型D-葡萄糖醇之方法，特徵為含水量<0.5 wt%，且溫度超過熔融物固化點5至15℃之D-葡萄糖醇熔融物係在熔融結晶器中結晶，此結晶器包含冷卻之容器及裝置盤狀元件及混合棒之水平排列，可轉動之軸，此盤狀元件及/或混合棒係依螺旋形式排列在軸上，且盤狀元件，混合棒及/或軸均經冷卻，且自熔融結晶器抽出之結晶係以研磨及過篩加工，得到最終產物，其中超過90%包含γ-改質之結晶型D-葡萄糖醇。
2. 根據申請專利範圍第1項之方法，特點為D-葡萄糖醇含量為60至80 wt%之水溶液係在5至200毫巴及130至170℃下經由蒸發轉化成含水量<0.5 wt%之D-葡萄糖醇熔融物，且D-葡萄糖醇熔融物冷卻至超過熔融物固化點5至15℃之溫度。
3. 根據申請專利範圍第2項之方法，特點為D-葡萄糖醇含量為60至80 wt%之水溶液係在50至200毫巴及130至140℃下經由蒸發轉化成含水量<0.5 wt%之D-葡萄糖醇熔融物，且D-葡萄糖醇熔融物冷卻至超過熔融物固化點10至15℃之溫度。
4. 根據申請專利範圍第2或3項之方法，特點為水性D-葡萄糖醇溶液之蒸發係在薄膜蒸發器中進行。
5. 根據申請專利範圍第2至3項之方法，特點為D-葡萄糖醇熔融物冷卻至105至115℃間之溫度。

本紙張尺度適用中國國家標準(CNS) A4規格(210×297公釐)

裝 訂 線

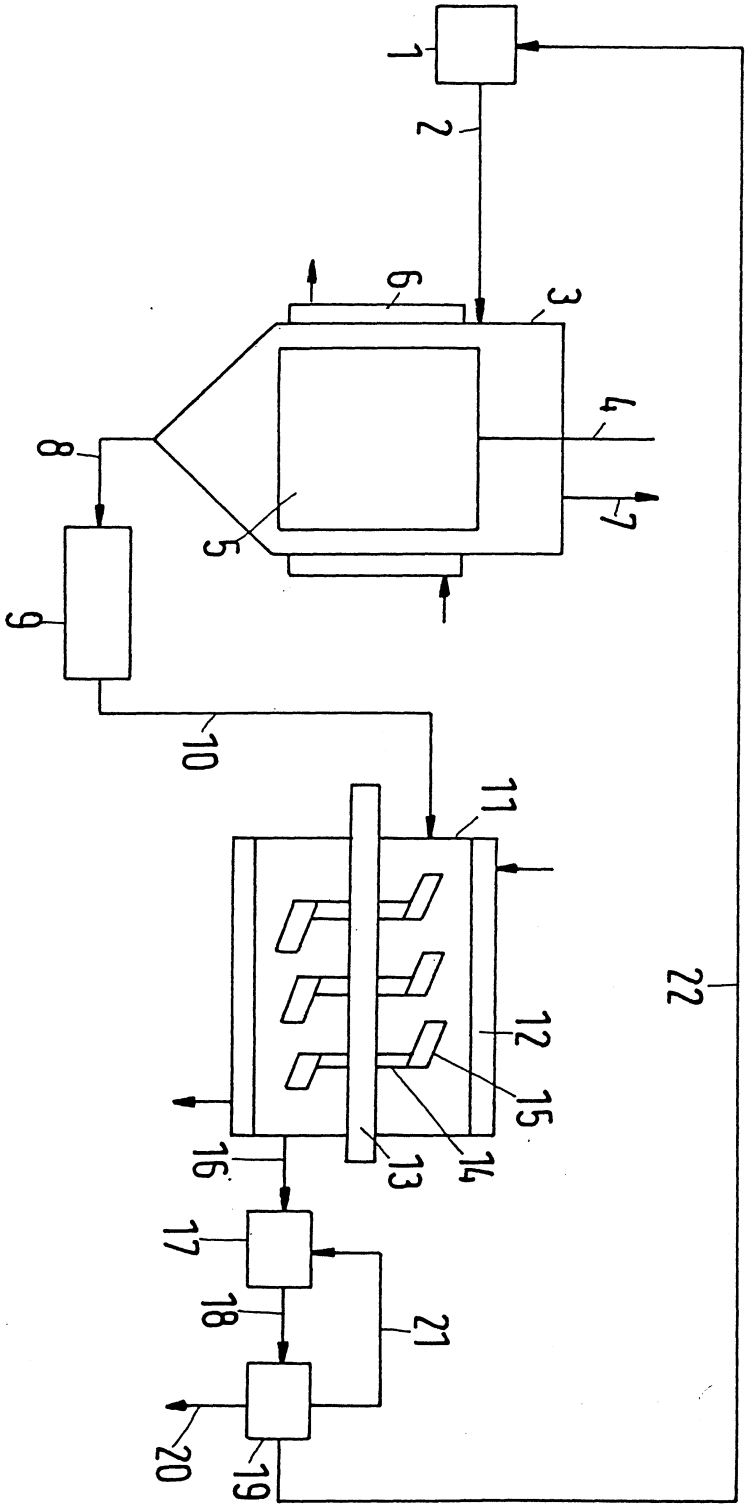
六、申請專利範圍

6. 根據申請專利範圍第1至3項之方法，特點為D-葡萄糖醇熔融物在熔融結晶器中之平均滯留時間為1至5小時。
7. 根據申請專利範圍第1至3項之方法，特點為自熔融結晶器移除之結晶之平均粒徑d_{50} < 2毫米。
8. 根據申請專利範圍第1至3項之方法，特點為其係連續進行。

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）
裝
訂
線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

本紙張尺度適用中國國家標準（CNS）A4規格（210×297公釐）


1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22