

公告本

86. 7. 11 修正
年 月 日 補充

申請日期	83.10.18
案 號	83109655
類 別	Co 9H 15/00 Int. Cl⁶

中文說明書修正頁(86年7月)

A4
C4

314524

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書

一、發明 名稱	中 文	自葡萄糖及低級醇經全蒸發作用製造烷基葡萄糖苷之方法
	英 文	"PROCESS FOR THE MANUFACTURE OF ALKYLGLUCOSIDES FROM GLUCOSE AND LOWER ALCOHOLS INVOLVING PERVAPORATION"
二、發明人 創作	姓 名	瓊安尼斯·葛洛恩
	國 籍	荷蘭
	住、居所	荷蘭維拉汀根市公園路72號
三、申請人	姓 名 (名稱)	荷蘭商優利切化學公司
	國 籍	荷蘭
	住、居所 (事務所)	荷蘭哥達市普吉街1號
	代 表 人 姓 名	健·保拉斯·凡·吉特

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

裝 訂 線

(由本局填寫)

承辦人代碼：	A6
大類：	B6
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
 歐盟 1993.9.17 93202696.6

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

五、發明說明(1)

本發明係有關製備烷基醴甘的方法，其係在酸性觸媒存在中，用醇與醴反應或用高碳數醇與低碳數烷基醴甘反應；且本發明亦有關如此所製成的烷基醴甘，及其在界面活性組合物中的用途。此外，本發明也有關實施本發明方法的裝置。

在酸性觸媒中，用醴和醇經由醴甘化或用低碳數烷基醴甘和高碳數醇進行再醴甘化以製備烷基醴甘係已知者。布克博士(Dr Th. Bocher)和希姆教授(Prof Dr T. Thiem)在Tenside Surf. Det., Vol. 26, No. 5, 318-324 (1989)中發表過有關許多種烷基醴甘合成的評論。

烷基醴甘製備中的問題之一為要將反應中形成的水快速脫除以使反應速率成為經濟上可接受者。

頃發現經由採用全蒸發方式連續脫除掉反應水可以在更高反應速率和更高的最後轉化率之下得到烷基醴甘。於全蒸發中，係將液體給料(含有一更具穿透性成份及一較低穿透性成份)保持與穿透膜接觸並維持跨膜壓力降。需被脫除掉的成份從給料液體中出來並通過該膜。通過該膜且為蒸氣形式的穿透物可在低溫冷凝回收或用移動氣體流將其帶走。

較佳者，該膜的穿透物側係保持在5 mm Hg(0.67 KPa)大小的低壓。分離單元所保留的殘餘給料稱為保留物或濃縮物。於蒸氣全蒸發程序中，給料混合物先蒸發後，將蒸氣沿著膜通過。

五、發明說明(2)

全蒸發方法在 W.S. Winston Ho 和 K.K. Sirkar, "薄膜手冊"(Membrane Handbook), Van Nostrand Reinhold Publishing Corp., New York, 1992, 105-159 頁中有較詳細地說明。

綜上所述,本發明係有關一種製備烷基醣甘的方法,其係在酸性觸媒存在中,用醇與醣反應,或用高碳數醇與低碳數烷基醣甘反應,該方法的特徵在於在該方法裝置中安裝至少一個全蒸發膜使得反應水可透過該膜而從反應混合物中連續脫除掉。

可用於本發明方法中的醣較佳者包括水溶性單醣,例如葡萄糖,果糖,半乳糖,甘露糖,木糖,阿拉伯糖等,及較佳者水溶性多醣,如蔗糖,麥芽糖,麥芽三糖,乳糖等,和單醣與多醣的混合物等。該醣物質較佳者是以在要形成烷基醣的醇中之漿液或分散液形式使用。最好是使用葡萄糖和果糖。

所用的醇為具有 1 到 6 個碳原子的單羥基,飽和,直鏈或支鏈醇,例如甲醇,乙醇,丙醇,異丙醇,丁醇,及其混合物等。此外,也可以使用多羥基飽和脂族醇,如乙二醇,丙二醇,甘油等,於這種情況中會形成羥烷基醣甘。

可用的低碳數烷基醣甘為 C_1-C_6 烷基醣甘,如甲基醣甘,乙基醣甘,己基醣甘等。

用於本發明再醣甘化反應中的高碳數醇係選自具有 8 至 24 個碳原子的直鏈或支鏈單羥基醇,如辛醇,十二烷醇等

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

本

訂

五、發明說明 (3)

。通常係用具有 12 至 18 個碳原子的脂肪醇混合物。

一般而言，係採用 60℃ 至 180℃ 的反應溫度，且較佳者係在 80℃ 至 140℃ 完成該反應。該反應可在超大氣壓，大氣壓和次大氣壓等壓力下進行。另外，也可以施加惰性氣圍。至於該酸性觸媒，可以使用液體或固體，無機或有機酸，如硫酸，磷酸，磺酸，離子交換樹脂（如，苯乙烯二乙烯基苯類型者），酸活化漂白土，酸性沸石（如，高孔洞容積的氧化矽 - 氧化鋁裂解觸媒），及上述之混合物等。該觸媒也可以提供成在反應器內的所謂固定床形式，使用離子交換樹脂作為觸媒有其優點，亦即，該膜不會受到酸侵害，因而在適當膜的選擇上有更大的彈性。

該反應可在攪拌槽式反應器或一系列攪拌槽式反應器內進行，不過也可以在膠凝膜蒸發器中進行。該反應器後面接著全蒸發單元，從該單元可將保留物循環到反應器內。穿透物可再接受進一步處理。於必要時，可在反應器與全蒸發單元之間裝設一過濾單元。

全蒸發作用係透過全蒸發膜而進行的。該膜可為任何市面上可得種類，只要其對反應混合物具有足夠抗性即可。全蒸發膜典型者為多層膜，包括一活性（改質）聚乙烯醇外層，可為聚丙烯腈層的孔洞背層及可為不織型聚酯，如聚（對苯二甲酸乙酯）的支架層。此外，也可以使用其他適當類型的薄膜。另外的方式，可將該活性全蒸發膜接著到陶瓷微濾模組的內表面。為了從本發明方法得到最佳結果，在該膜低壓側的壓力可適當地為 1 至 100 毫巴，較佳

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

本

訂

86. 7. 11 修正
補充

五、發明說明 ()

者為 1 至 20 毫巴。

該全蒸發較佳者是在得到透明反應混合物時起始。

實施本發明方法的適當裝置包括一醴甘化或再醴甘化反應器，將醴或低碳數烷基磺甘及醇或高碳數醇給入的工具，和，適需要選用的將惰性氣體給到反應器內的工具，及一全蒸發裝置，其係連接到反應器以從其中接收醴甘化或再醴甘化反應產物混合物，且其包含一全蒸發膜，將反應水從全蒸發裝置取出的工具和將反應混合物保留物從全蒸發裝置循環到反應器內部的工具。

較佳者，在全蒸發裝置的作用過程中，醴甘化或再醴甘化反應混合物中不含固體醴或觸媒，且為達到此目的，最好是在反應器與全蒸發裝置之間裝設一過濾單元。

本發明至此要用下面的實施例予以闡明。

圖式簡單說明

圖 1 係顯示列於實例 1 之二則反應之轉化率與時間的關係，一則反應具全蒸發及一則不具全蒸發。圖中顯示全蒸發之應用使達到較高之終轉化率且需較短的製程時間達到特定轉化率。圖 2 係顯示相同反應之反應介質的水量。不具全蒸發時，水量於反應期間不斷增加。將全蒸發裝置與反應器偶合則水濃度首先增加，然後達到最大量及接著於反應期間不斷減少。

實施例 I

將 0.945 公斤的葡萄糖與 0.5 重量% (以葡萄糖重量計) 的對 - 甲苯磺酸混合並將該混合物加到已裝著 1200 克無水

86. 7. 11 修正
年 月 日
補充

五、發明說明 ()

乙醇的 5 升容積不銹鋼套層容器內。該容器裝著一變速攪拌器及必需的輸入管和輸出管。將乙醇漿液中的葡萄糖與 1415 克的無水乙醇混合並將混合物於攪拌下加熱到 100 °C 直到所有葡萄糖都溶解在反應混合物中為止。於反應混合物已到達 100 °C 溫度後兩小時，將其於 22 小時期間連續地泵取過全蒸發膜的表面 (Celfa CMC-A 膜，活性面積 0.04 平方米，註冊商標，產自 CM-CELFA Membrantrenntechnik AG, Switzerland) 及循環到反應容器。在該全蒸發膜給料測的壓力為 2 巴。而於該膜另一側則用一真空泵保持在 1

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (5)

毫巴壓力。將膜所脫除出來的水冷凝並收集在一玻璃燒瓶內。

於一第二實驗中，係在相同條件下進行該反應，但沒有使用全蒸發裝置。圖1示出兩實驗所得轉化率與時間的關係。可以看出有施用全蒸發時，可得到較高的最後轉化率且達到某一轉化率所需的程序時間也較短。

圖2所示為反應混合物中的水含量。在沒有全蒸發時，該水含量會在反應過程中逐漸增加。而有全蒸發裝置配合反應器之情況下，水濁度會先增高，達到一最高點，然後於反應過程中逐漸減低。反應混合物中有較低水含量時會減低逆化學反應的速率，因而對於乙基葡萄糖苷的形成得到較高的總反應速率。

實施例 II

重複實施例 I，但此次係使用不同的全蒸發膜 (Carbone-Lorraine Type CL 1000，註冊商標，產自 Le Carbone-Lorraine S.A., 法國，巴黎)。於24小時後，得到98.9%的乙基葡萄糖苷轉化率；反應器內的水含量為0.20重量%且穿透物中的水濃度為52.4重量% (水通量為0.03公斤/平方米小時)。

若對某一反應器尺寸安置更多的膜面積時，會以更高的速率從反應器脫除水份，促成更高反應速率和更高的平衡轉化率。不過，同時，該全蒸發單元會更昂貴。因此之故，對某一反應器尺寸會有一具經濟最適性膜尺寸。此外，在減低反應器裝載，因而增高膜面積與反應器尺寸之間的比例時，可達到較高的反應速率及更高的最後轉化率。

86. 7. 11 修正
年 月 日 補充
A
B

四、中文發明摘要(發明之名稱: 自葡萄糖及低級醇經全蒸發作用製造烷基葡糖苷之方法)

於經由在酸觸媒存在中，將糖類予以糖苷化或將低碳數烷基糖苷予以再糖苷化以製備烷基糖苷的方法中，係經由全蒸發方法以脫除反應器中的水，此外，也述及進行該反應的裝置。

英文發明摘要(發明之名稱: "PROCESS FOR THE MANUFACTURE OF ALKYLGLUCOSIDES FROM GLUCOSE AND LOWER ALCOHOLS INVOLVING PERVAPORATION")

In a process for producing an alkylglycoside by glycosidation of a saccharide or reglycosidation of a lower alkylglycoside in the presence of an acidic catalyst, the water of the reactor is removed by pervaporation. Also an apparatus for carrying out the reaction has been described.

(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

86. 7. 11 修正
年 月 日 補充

六、申請專利範圍

1. 一種製備烷基葡糖苷之方法，其係在酸性觸媒存在下，以具有1至6個碳原子的單羥基醇與葡萄糖反應（糖苷化反應），其特徵在於在該方法裝置中裝設至少一個全蒸發膜使得反應水可透過該膜從反應混合物中連續被移除。
2. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中該糖苷化反應係在60℃至180℃溫度下進行。
3. 根據申請專利範圍第2項之方法，其中該糖苷化反應係在80℃至140℃溫度下進行。
4. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中該全蒸發膜包含聚乙烯醇活性層，聚丙烯腈背層和不織型聚酯負載層。
5. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中該全蒸發膜係接附在陶瓷微濾膜的內側表面上。
6. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中在該全蒸發膜低壓力側的壓力為1至100毫巴。
7. 根據申請專利範圍第1項之方法，其中於全蒸發作用期間，無固體葡糖苷或催化劑在通過全蒸發膜加工前藉通過過濾裝置經過反應混合物而存在於反應混合物中。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

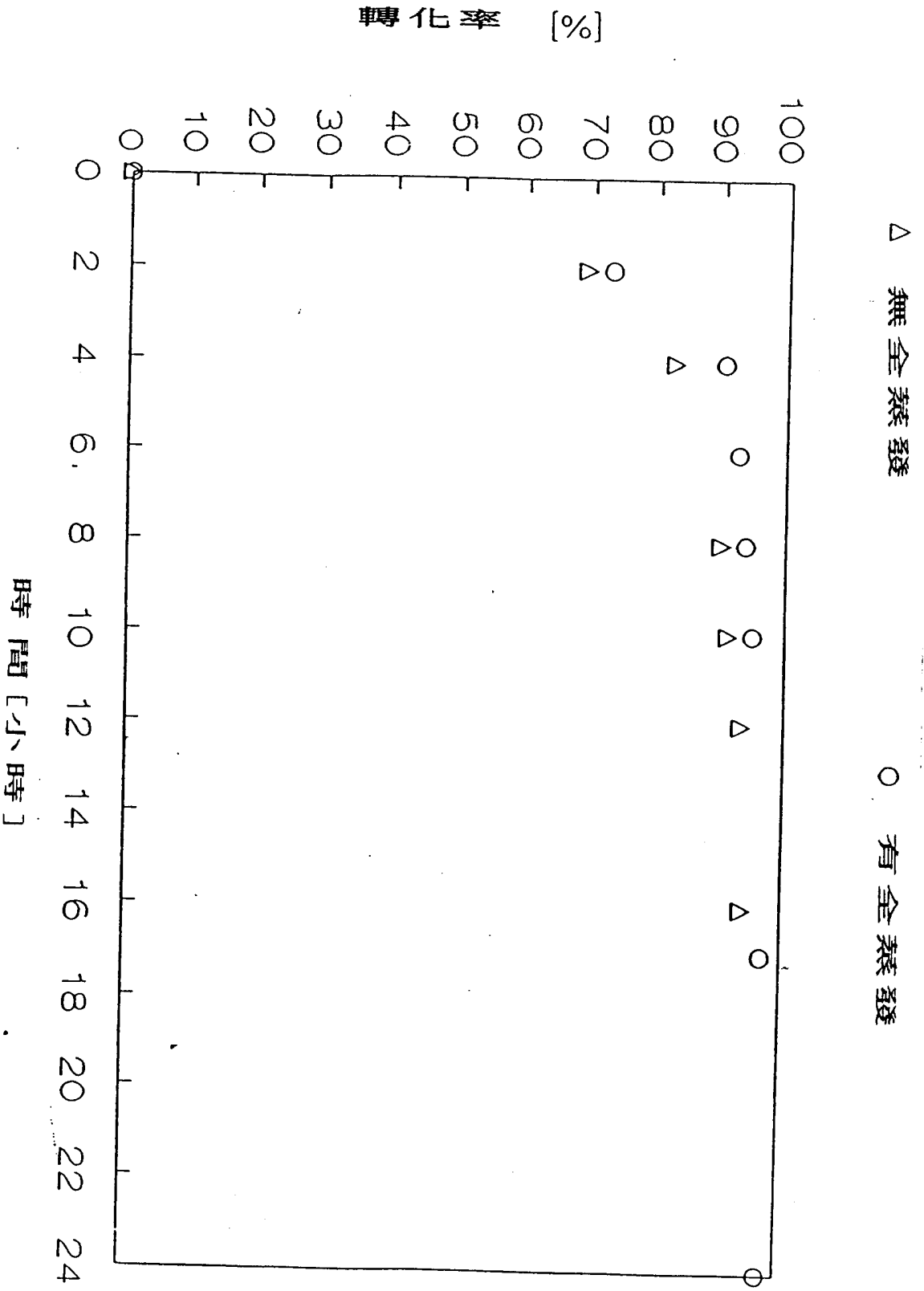


圖 1

314524

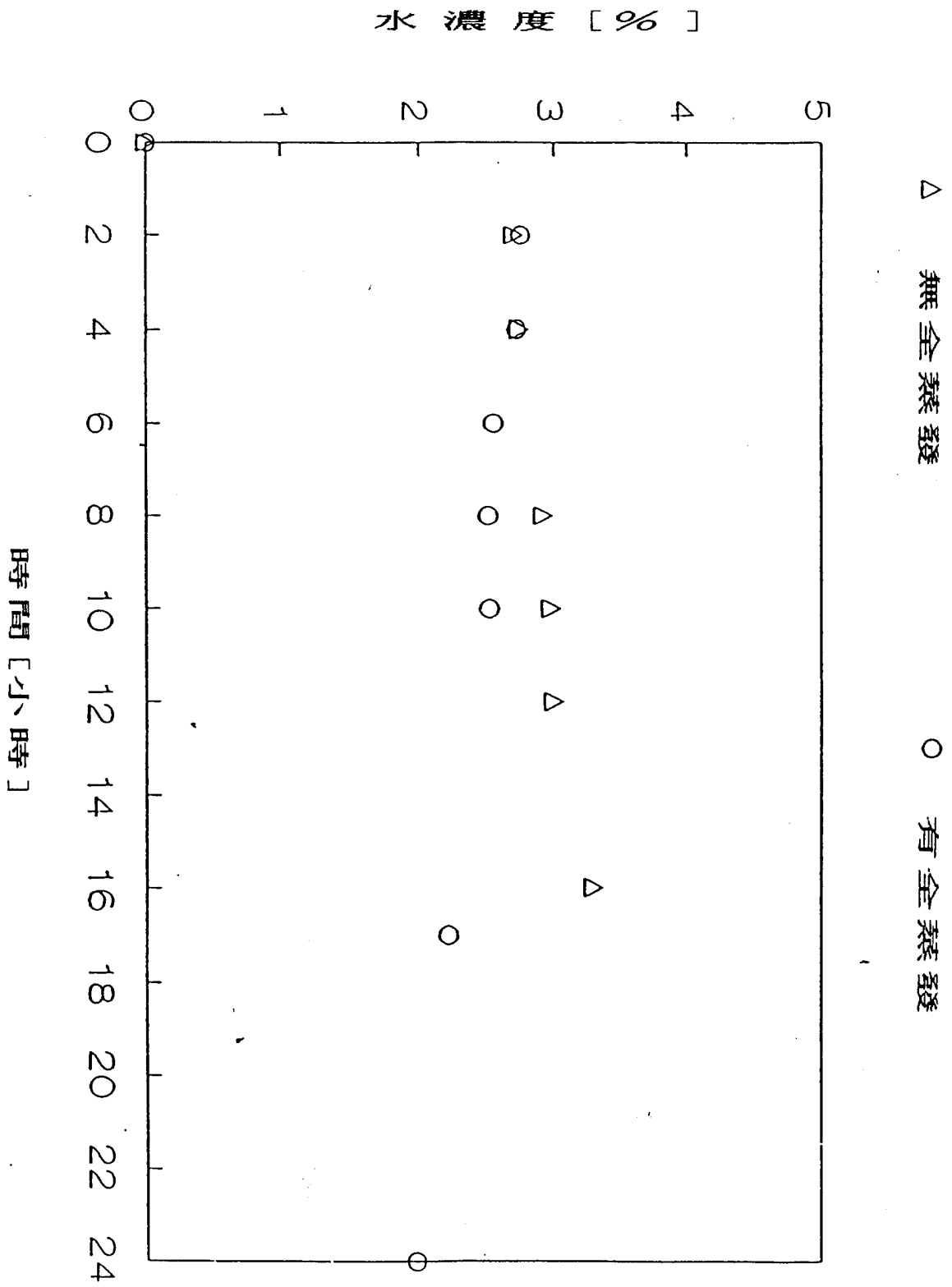


圖 2