

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

251754

(11) (B2)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

(22) Přihlášeno 11 03 77
(21) PV 1647-77
(32) (31) (33) Právo přednosti od 15 03 76
(666584) Spojené státy americké

(40) Zveřejněno 15 01 87

(45) Vydáno 15 07 88

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 31/18

MELAJA ASKO J., VIRTANEN JOUKO J., HEIKKILÄ HEIKKI O., KANTVICK

(72) Autor vynálezu

(Finsko)

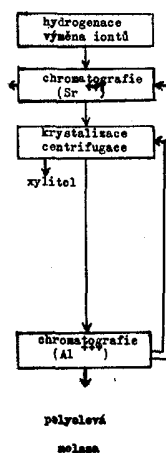
(73) Majitel patentu

SUOMEN SOKERI OSAKEYHTIÖ, HELSINKI (Finsko)

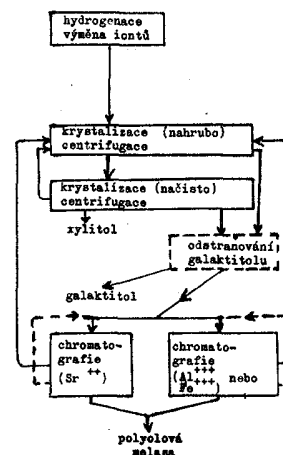
(54) Způsob získávání krystalického xylitolu farmaceutické jakosti

Způsob získávání xylitolu farmaceutické jakosti z vodného roztoku xylitolu a jiných polyolů, zahrnující hrubou krystalizaci největší části xylitolu, po které se surové krystaly xylitolu překrystalovávají a čistý xylitol se získává z matečného louhu po hrubé krystalizaci nebo/a překrystalování tím, že alespoň část matečného louhu se podrobí chromatografické frakcionaci alespoň na dvou paralelně uspořádaných kolonách, které obsahují sulfonovanou kationtovou, divinylbenzenem zesíťenou polystyrenovou iontoměničovou pryskyřici, a jedna z kolon obsahuje pryskyřici s navázaným kationtem kovu alkalické zeminy a druhá z kolon s Al^{+++} nebo Fe^{+++} , přičemž jedna část roztoku je vedena jednou kolonou a druhá část druhou kolonou; žádané frakce z každé z obou kolon se spojí a část produktu se recykluje do stupně hrubé krystalizace.

ZÁKLÁDNÍ ZPŮSOB



ZPŮSOB PODLE VYNÁLEZU



Obr.6.

Vynález se týká způsobu získávání xylitolu ze směsi polyolů.

Xylitol (starším názvem xylit) může být připravován z materiálů obsahujících xylózu hydrogenací těchto materiálů za vzniku xylitolu, následovanou krystalizací xylitolu. Jako surovin se obvykle používá hydrolyzátů hemicelulózy. Dosavadní způsoby přípravy xylitolu jsou popsány například v britských patentech č. 1 209 960, 1 236 910 a 1 273 498, uvádějících způsoby hydrolyzy hemicelulóзовých materiálů, následované čištěním hydrolyzátu.

Jihoafrický patent č. 73/7731 rovněž uvádí způsob krystalizace xylitolu z vodného reakčního prostředí, v němž xylitol vzniká redukcí xylózy. Z ruské literatury je známa publikace (Lejkins a sp., Proizvodstvo ksilita, Moskva 1962), která přináší přehled současných známých způsobů. Jiné způsoby jeho přípravy jsou popsány v amerických patentech č. 3 212 932 a 3 558 725.

Již dříve bylo zjištěno, že čistý xylitol lze připravovat z roztoků polyolů, které obsahují další jiné polyoly jako znečištěniny. Podle jednoho z takových způsobů se roztok polyolů podrobuje chromatografickému dělení na koloně naplněné vhodnou iontoměničovou pryskyřicí. Čistý xylitol se krystaluje z čištěné frakce obsahující xylitol získané chromatografickou frakcionační technikou.

Způsob výše popsaný má určité nedostatky. Má-li se získat xylitol farmaceutické čistoty pomocí krystalizace z vodného roztoku, obsah xylitolu v krystalické hmotě musí být alespoň 85 % hmot. vztaženo na sušinu.

Protože galaktitol je považován za škodlivou znečištěninu xylitolu, musí být téměř úplně odstraněn, aby se vyrobil krystalický xylitol v přípustné farmaceutické kvalitě. Vyžaduje se, aby xylitol farmaceutické kvality obsahoval méně než 0,2 % hmot. galaktitolu.

Má-li být dosaženo této vysoké úrovně čistoty krystalů, nesmí roztok, ze kterého se xylitol krystaluje, obsahovat více než 1,5 % hmot. galaktitolu, vztaženo na sušinu. Obsahuje-li surový roztok velká množství galaktitolu, získávají se nízké výtěžky xylitolu.

Odstranění dostatečného množství galaktitolu podle dosavadního stavu techniky chromatografickým dělením roztoku polyolů vyžaduje velké zředění roztoků a velmi snižuje výkonnost daného systému.

Nyní bylo shledáno, že výtěžek izolovatelného xylitu farmaceutické kvality a roztoků směsi polyolů se významně zvyšuje podle vynálezu zdokonaleným způsobem získáváním krystalického xylitolu farmaceutické jakosti z vodného roztoku obsahujícího xylitol a jiné polyoly, při němž se nechá vykrystalovat během hrubé krystalizace největší část xylitolu, surové krystaly xylitolu oddělené z matečného louhu se rozpouštějí ve vodě a překrystalovávají z roztoku, přičemž se xylitol získává ve formě čistých krystalů a zůstává matečný louh.

Podstata zdokonalení podle vynálezu spočívá v tom, že xylitol se získává z matečného louhu po hrubé krystalizaci nebo/a překrystalování tím, že alespoň část matečného louhu se podrobí chromatografické frakcionaci alespoň na dvou paralelně uspořádaných kolonách, které obsahují sulfonovanou kationtovou divinylbenzenem zesíťnou polystyrenovou iontoměničovou pryskyřici, a jedna z kolon obsahuje pryskyřici s navázaným kationtem kovu alkalické zeminy a druhá z kolon s Al^{+++} nebo Fe^{+++} ; přitom je nanášení roztoku voleno tak, že jedna část je vedena jednou kolonou a druhá část druhou kolonou, načež se žádané frakce z každé z obou kolon spojí a část produktu se recykluje do stupně hrubé krystalizace.

Způsob podle vynálezu lze používat k získávání krystalického xylitolu, který obsahuje méně než 0,2 hmotnostních % galaktitolu z čistého hydrolyzátu hemicelulózy, bohatého pentozami, získaného hydrogenací, který obsahuje 60 až 86 hmotnostních % xylitu a dalších polyolů, vztaženo na sušinu.

Provádí se to v podstatě tak, že k získání xylitolu z matečného louhu po hrubé krystalizaci se tento matečný louh podrobuje chromatografické frakcionaci, při které se odebírá a) vedlejší frakce polyolů, která se odstraňuje, b) frakce, která se vrací zpět do roztoku vedeného na chromatografickou kolonu, a c) frakce bohatá xylitolem, a tato frakce bohatá xylitolem se vrací do stupně hrubé krystalizace.

Xylitol zbylý v matečném louhu po hrubé krystalizaci se může recyklovat před stupeň hrubé krystalizace xylitolu, kde se spojuje se směsí polyolů, která slouží jako výchozí roztok.

Způsob podle vynálezu možno v podrobnostech provádět tak, že k získání xylitolu se dělí na dva podíly matečný louh po hrubé krystalizaci; první díl matečného louhu se vede na jednu z chromatografických kolon, která obsahuje divinylbenzenem zesítěnou sulfonovanou polystyrenovou kationtovou výměnnou pryskyřici obsahující kationt kovu alkalické zeminy, získává se frakce vedlejšího produktu a frakce bohatá xylitolem, zatímco druhý díl matečného louhu se vede na chromatografickou kolonu, která obsahuje divinylbenzenem zesítěnou polystyrenovou kationtovou výměnnou pryskyřici s kationtem Al^{+++} nebo Fe^{+++} , přičemž se získává frakce vedlejšího produktu obsahující směs polyolů a frakce bohatá xylitolem, potom se analogické frakce z obou kolon spojují; frakce vedlejších produktů obsahující směs polyolů se částečně odstraňuje ze systému, a částečně se znovu přivádí jako vratná frakce, přičemž se spojuje s roztokem nanášeným na chromatografický sloupec, a frakce bohatá xylitolem se recykluje k proudu přiváděnému do stupně hrubé krystalizace.

Suroviny, které lze hydrolyzovat, aby se získala směs polyolů, použitelných jako výchozí materiál při provádění způsobu podle tohoto vynálezu, zahrnují lignocelulózové materiály včetně dřeva různých druhů stromů, například bříz a buků.

Použitelné jsou rovněž slupky ovsa, kukuřičné klasy a stébla, skořápky kokosových ořechů, pecky mandlí, sláma, slupky bagasového a bavlníkového semena. Používá-li se dřeva, je výhodné je rozdělit na odřezky, hoblovačky, piliny apod. Kromě toho lze používat xylanem bohatých předhydrolyzátů z dřevařskochemického průmyslu.

Jsou to odpadní produkty a obsahují hlavní část hemicelulózy dřeva. Předhydrolyzáty se hydrolyzují zředěnou minerální kyselinou, aby se uvolnila xylóza a soli a kyseliny mohou být potom odstraněny technikou vytěsnění nebo výměny iontů.

Vhodné způsoby pro získávání směsí polyolů z těchto materiálů jsou popsány například v amerických patentních spisech č. 2 734 136, 2 759 856, 2 801 939, 2 974 067 a 3 212 932. Je důležité posoudit volbu vhodného způsobu hydrolyzy, aby se získával maximální výtěžek pentóz a aby získaný materiál bohatý pentózami byl neutralizován s použitím takových materiálů, jako je hydroxid sodný, který nezpůsobuje význačnější destrukci cukrů.

Jestliže se pentózový materiál získává jinými způsoby než kyselou hydrolyzou, níže popsany stupeň odsolení vytěsněním iontů může být vynechán.

V následujícím stupni, opět známým způsobem, se provádí čištění hydrolyzátu pomocí dvou hlavních stupňů; první spočívá v odstranění solí, síranu sodného a valné části organických znečištěnin a barevných látek pomocí techniky vytěsnění iontů, zatímco druhý stupeň uskutečňuje konečné odstranění zbarvení.

Vhodné způsoby vytěsňování iontů, které odstraňují soli z roztoku, jsou popsány v amerických patentních spisech č. 2 890 972 a 2 937 959. Podobných postupů se používá v cukrovarnickém průmyslu při čištění melas.

Druhý stupeň konečného odstranění zbarvení se provádí zpracováním nečistých roztoků systémem výměny iontů sestávajícím ze silného katexu následovaného slabým anexem, po němž

následuje stupeň průchodu roztoku ložem a adsorbentem nebo aktivním uhlím. Tyto metody jsou rovněž známy v cukrovarnickém průmyslu.

Jeden takový způsob je například popsán v americkém patentním spise č. 3 558 725. Další sdělení týkající se této stránky jsou obsaženy v práci J. Samberga a V. Valtera: Entfärbungsharze, Akademie Verlag Berlin 1970; P. Smita: Ionenaustauscher und Adsorber bei der Herstellung und Reinigung von Zuckern, Pektinen und verwandten Stoffen, Akademie Verlag Berlin 1969; J. Hassler: Activated carbon; Leonard Hill Londýn 1967.

Je-li to nezbytné, stupeň čištění může být zdokonalen dále přidáním stupně, který používá syntetického makroretikulárního adsorbentu, například Amberlitu XAD 2, aby se odstranily organické znečištěniny.

Makroretikulárního adsorbentu lze použít v čistícím stupni bezprostředně po stupni vytěsnění iontů, avšak před katexem. Může se to případně stát konečným stupněm čistícího stádia.

Čištěný roztok pentózy se potom hydrogenuje a zpracovává podobně jako při hydrogenaci glukózy na sorbitol. Jeden z takových vhodných postupů je popsán v publikaci W. Schnydera nazvané "Hydrogenace glukózy na sorbitol pomocí katalyzátoru Raneyova niklu", disertační práce na Poly technical Institute of Brooklyn, 1962.

Výše popsanými postupy podle dosavadního stavu techniky se získávají roztoky hydrolyzátů hemicelulózy, které byly čištěny a hydrogenovány, aby poskytly směs polyolů s vysokým obsahem xylitolu. Tyto roztoky se s výhodou používají jako výchozí materiál při způsobu podle vynálezu.

Výhodné iontoměničové pryskyřice používané v tomto vynálezu jsou typu popisovaného jako sulfonované polystyrenové katexové pryskyřice zesítěné divinylbenzenem. Soli kovů alkalických zemin těchto pryskyřic, například ve formě s vápníkem, baryem nebo stronciem, dávají přijatelné výsledky a z těchto forma se stronciem dovoluje nejlepší dělení polyolů.

Význačného zdokonalení při dělení některých polyolů se docílí tím, že se použije forem s trojmocnými kovy, například Al^{+++} a Fe^{+++} . Bylo například nalezeno, že pryskyřice v Al^{+++} - a Fe^{+++} -formě jsou výhodnější, než když se použije pryskyřic ve formě s kovy alkalických zemin.

Polyoly jsou eluovány z Al^{+++} - a Fe^{+++} -forem pryskyřice v různém pořadí. To je důležité, protože tím lze upravit oddělení hlavní znečištěniny, tj. sorbitolu. Za druhé je možné při získávání xylitolu zabránit hromadění sorbitolu způsobenému opakováním cyklu, a to buď provedením frakcionace nejprve na pryskyřici buď v Al^{+++} - nebo v Fe^{+++} -formě nebo použitím dvojitého frakcionačního procesu, při němž se první dělení provádí na pryskyřici ve formě s kovem alkalické zeminy, a je následována druhým dělením na pryskyřici v Al^{+++} - nebo v Fe^{+++} -formě.

Nejvýhodnější způsob spočívá obvykle v rozdělení roztoků do dvou paralelních proudů a v provedení frakcionací na dvou paralelních kolonách, v jedné s Al^{+++} -formou a ve druhé s Sr^{++} -formou.

Podle tohoto vynálezu se provádí stupeň hrubé krystalizace xylitolu tak, že roztok obsahující směs polyolů se zkoncentruje na obsah vody v rozmezí od 87 do 94 % hmot., s výhodou 90 až 92 % hmot. Teplota materiálu se potom upravuje pod teplotu nasycení xylitolu, například na 55 až 75 °C.

Roztok se potom naočkuje krystaly xylitolu a ochladí podle zkušenosti na teplotu 25 až 40 °C. Očkovací krystaly mají s výhodou velikost v rozmezí od 2 do 20 μ a přidávají se v množství od 0,02 až 0,1 % hmot. Tímto způsobem se výhodně odstraní asi 70 % hmot. xylitolu

ve formě surových krystalů xylitolu. Dobrých výsledků se však docílí, když se ve stupni hrubé krystalizace odstraní 60 až 75 % hmot. xylitolu.

Promytí krystalů v koši odstředivky není nutné, často se však používá ke zlepšení čistícího účinku. Krystaly získané hrubou krystalizací mohou být potom promyty malým množstvím vody, výhodně asi 2 % vztaženo na hmotnost krystalů, na odstředivce košíkovitého typu, aby se odstranil hlavní podíl mikrokrystalů galaktitolu ulpívajících na krystalech xylitolu.

Mikrokrystaly galaktitolu se tvoří během krystalizačního postupu. Promývací roztok se spojuje s matečným louhem a ponechá se pro další zpracování. Krystaly surového xylitolu se rozpustí znovu ve vodě a opět překrystalují za vzniku krystalů xylitolu obsahujících méně než 0,2 % hmot. galaktitolu a více než 99,5 % hmot. xylitolu.

Překrystalování xylitolu lze provádět buď odpařením nasyceného roztoku nebo ochlazením nasyceného roztoku, aby se dosáhlo přesycení roztoku.

Provádí-li se překrystalování odpařením je vhodný vakuový krystalizátor toho typu, kterého se používá v cukrovarnickém průmyslu. Roztok xylitolu, který obsahuje 92 až 100 % hmot. sušiny xylitolu se zahřívá ve vakuu na teplotu 60 až 65 °C a odpaří se na obsah 87 až 91 % hmot. sušiny.

Roztok se naočkuje a udržováním přesycení se vyvolá růst krystalů. Touto metodou se získává asi 60 % hmot. čistých krystalů xylitolu přítomného v roztoku. Krystaly se oddělí od matečných louhů odstředěním.

V následujícím jsou uvedeny ostatní stejně výhodné metody k překrystalování:

Roztok xylitolu, který obsahuje 92 až 100 % hmot. xylitolu, vztaženo na obsah sušiny, se odpaří na 85 až 91 % hmot. sušiny (s výhodou 88 % hmot.) a zahřívá na teplotu 55 až 65 °C (s výhodou na 60 °C). Roztok se naočkuje a ochladí jak je popsáno pro případ hrubé krystalizace.

Konečná teplota je 25 až 40 °C. Touto metodou se získává 60 až 65 % hmot. xylitolu ve formě čistých krystalů. Krystaly se oddělí od matečného louhu odstředěním. Kapalina odstraněná odstředěním a promývací kapalina může být přidána k uschovanému matečnému louhu a promývací kapalině z hrubé krystalizace. Matečné louhy ze stupně překrystalování mohou být případně vráceny spolu s promývacími tekutinami, pokud nějaké jsou, do systému tak, že se spojí s přiváděnou směsí polyolů právě před stupněm hrubé krystalizace.

Matečný loup a promývací tekutiny z hrubé krystalizace se zpracovávají, aby se získal hlavní podíl xylitolu, který v nich zůstává. Roztok se podrobí čistící operaci, která nejprve odstraní hlavní podíl galaktitolu ve formě mikrokrystalů a potom dělí uschované tekutiny průchoodem jednou nebo více chromatografickými iontoměničovými kolonami.

Před tím, než se spojené louhy a promývací kapaliny podrobí dělení na chromatografických kolonách s iontoměničovými pryskyřicemi, je obvykle výhodné odstranit z roztoku pomocí odstředění, sedimentace nebo filtrace mikrokrystaly galaktitolu, které vznikají během stupně hrubé krystalizace xylitolu.

Tyto mikrokrystaly jsou tak malé, že se vymývají z krystalů xylitolu spolu s matečnými louhy během stupně promývání krystalů surového xylitolu.

Již dříve bylo nalezeno, že polyoly se oddělují odlišně a vymývají v odlišném pořadí z kolon, které obsahují pryskyřice ve formě s kovem alkalické zeminy na jedné straně a v Al^{+++} - nebo Fe^{+++} -formě na druhé straně. Pracují-li paralelně dvě kolony, které jsou plněny pryskyřicemi v odlišných kationtových formách, je možné získávat kombinované frakce bohaté xylitolem, v nichž je přijatelně nízký obsah galaktitolu a mannitolu, stejně jako sorbitolu.

Kolona ve formě s kovem alkalické zeminy odstraňuje účinně většinu ostatních polyolů, včetně arabinitolu a mannitolu, zatímco kolona v Al^{+++} - nebo Fe^{+++} -formě odstraňuje hlavní podíl sorbitolu. Dodáváním přibližně stejného množství náplně roztoku paralelně do každého typu kolony a kombinací eluátů z obou kolon se získává roztok xylitolu přijatelné čistoty pro následující další krystalizaci.

V případech, kdy se tyto dva typy kolon kombinují sériově, je čištění účinnější, avšak eluované roztoky jsou zředěnější, což znamená vyšší náklady dané požadavky na odpaření. Bylo nalezeno, že paralelní čisticí systém je obvykle výhodnější, závisí to však na složení směsi polyolů používané jako výchozího materiálu a při některých aplikacích povede kombinace kolon v sérii k ekonomičtějším výsledkům.

Po dělicím postupu se získaná frakce bohatá xylitolem vrací do stupně hrubé krystalizace. Mezifrakce se vracejí zpět, aby prošly opět dělicím stupněm a zbývající nečisté frakce se spojují za vzniku vedlejšího produktu se směsí polyolů, který představuje odpad nebo se používá s výhodou jako krmivo pro zvířata nebo zdroj uhlohydrátů při průmyslových fermentacích.

Způsob podle tohoto vynálezu umožňuje získávat 96 až 98 % hmot. xylitolu přítomného v původním roztoku směsi polyolů ve formě krystalického xylitolu farmaceutické kvality. Čistota krystalů xylitolu je vyšší než 99,5 % hmot. a obsah galaktitolu nižší než 0,2 % hmot.

Popis výkresů

Vynález bude dále popsán s odkazem na připojené výkresy kde:

obr. 1 značí proudový diagram znázorňující obecně způsob podle dřívějšího stavu techniky,

obr. 2 značí proudový diagram znázorňující jedno výhodné provedení podle tohoto vynálezu,

obr. 3 značí proudový diagram znázorňující alternativní výhodné provedení podle tohoto vynálezu,

obr. 4 je graf, na kterém je demonstrován průběh dělení směsi polyolů na pryskyřici v Sr^{++} -formě,

obr. 5 je graf, demonstrující dělení směsi polyolů na koloně s pryskyřicí v Al^{+++} -formě.

Srovnávací technol. schéma na obr. 6 znázorňuje dva proudové diagramy, které všeobecně demonstrují rozdíly mezi způsobem podle známého stavu a způsobem podle přítomného vynálezu.

Proudový diagram způsobu podle dřívějšího stavu techniky pro přípravu xylitolu a roztoku polyolů na obr. 1 vyznačuje body pro odběr vzorků 1 až 13. Příslušná analýza materiálu z každého bodu odběru vzorků je uvedena v tabulce 1.

T a b u l k a 1

Příklad materiálové bilance výroby xylitolu dřívějším způsobem ukázaný na obr. 1

č.	koncentrace g/100 g	celkové množství ds. kg	H ₂ O kg	složení (kg)						složení %					
				xy	ar	ga	so	ma	ostatní	xy	ar	ga	so	ma	os- tat- ní
1	50	100	100	76	5,5	4,0	5,5	6,5	2,5	76	5,5	4,0	5,5	6,5	2,5
2	8,0	18	205	13	0,8	1,1	2,5	0,2	0,3	73	4,3	5,9	14	1,3	1,8
3	24	118	373	89	6,3	5,0	8,0	6,7	2,8	76	5,3	4,3	6,8	5,7	2,4
4	3,9	22	534	6,0	5,0	2,0	0,7	5,9	2,1	28	23	9,3	3,1	27	9,7
5	8,5	68	732	61	0,2	1,1	5,4	0,1	0,2	90	0,3	1,7	7,9	0,1	0,3
6	13	28	188	22	1,0	1,9	1,9	0,7	0,5	78	3,7	6,7	6,8	2,6	1,9
7	6,0	46	722	40	1,7	1,0	2,3	0,2	1,1	87	3,7	2,1	5,1	0,4	2,3
8	2,5	13	500	4,5	0,5	2,0	4,8	0,6	0,4	35	3,9	15	38	4,5	3,2
9	3,2-65	34	1 034	10	5,5	4,0	5,5	6,5	2,5	30	16	12	16	19	7,3
10	100	66	-	66	-	-	-	-	-	100	-	-	-	-	-
11	75	49	16	35	1,9	2,1	7,8	0,3	1,3	73	4,0	4,3	16	0,5	2,6
12	24	77	243	57	3,0	4,0	10	1,0	1,8	75	3,9	5,2	13	1,3	2,3
13	73-90	114	13	101	1,9	2,1	7,7	0,3	1,3	88	1,7	1,8	6,8	0,2	1,1

Čísla v levém sloupci se týkají bodů vzorků na obr. 1

xy = xylitol

ar = arabinitol

ga = galaktitol

so = sorbitol

ma = mannitol

d.s. = suchá látka

Způsob podle dřívějšího stavu techniky je vysvětlen na proudovém diagramu obr. 1, na kterém číslice 101 až 111 označují následující:

101 čištěný hydrolyzát, 102 hydrogenace, 103 přidaná voda (68 kg), 104 chromatografická dělicí pryskyřice (Sr⁺⁺-forma), 105 odpařená voda (1 441 kg), 106 krystalizace, 107 xylitol, 108 přidaná voda (39 kg), 109 chromatografická dělicí pryskyřice (Al⁺⁺⁺-forma), 110 směs polyolů a 111 odpařená voda (1 016 kg).

Podle dřívějšího stavu techniky se nečistý roztok polyolů, který má složení udané v bodu 3 na tabulce 1, obsahující 76 % hmot. xylitolu, dělí chromatograficky na koloně ionto-měničové pryskyřice, zesítné 3,5 % divinylbenzenu, v Sr⁺⁺-formě a získávají se tři frakce.

Poslední frakce z kolony, vzorek bodu č. 5, obsahuje 90 % hmot. xylitolu, je poměrně bohatá na obsah sorbitolu, má však nízký obsah ostatních polyolů. Tato frakce se vede do krystalizačního stupně. První frakce z kolony, vzorek bodu č. 4, má nízký obsah xylitolu a vysoký obsah ostatních polyolů včetně mannitolu a arabinitolu.

Tato frakce se odstraňuje ze systému ve formě vedlejšího produktu směsi polyolů v bodě č. 9.

Střední frakce, vzorek bodu č. 6 z prvního dělení, se spojuje s matečným louhem, z bodu č. 11, z krystalizace a spojené proudy se dělí na koloně s pryskyřicí v Al⁺⁺⁺-formě, aby se získala frakce bohatá xylitolem, vzorek z bodu č. 7, ze kterého lze krystalizací získat další xylitol.

Frakce 13 obsahuje 80 % hmot. xylitolu a má poměrně vysoký obsah sorbitolu za to má však nízký obsah většiny ostatních polyolů. Frakce 8, která má nízký obsah xylitolu a vysoký obsah ostatních polyolů, se spojuje s proudem 4 a odstraňuje se ze systému ve formě vedlejšího produktu obsahujícího směs polyolů v bodě č. 9.

Frakce 2, která má vysoký obsah xylitolu, se vrací a přimíchává do přicházejícího proudu surového materiálu a recykluje první chromatografickou kolonou obsahující pryskyřici v Sr^{++} -formě.

Podle dřívějšího stavu techniky, popsaného výše, je možné získat 87 % hmot. xylitolu, obsaženého ve výchozím surovém roztoku, jako produktu farmaceutické kvality. Avšak roztoky, které jsou vymývány z chromatografických kolon jsou dosti zředěné a to vede ke zvýšeným nákladům při odpařování. Celkové množství vody, které musí být odpařeno na každý kg získaného xylitolu činí 36 až 38 kg.

Zdokonaleným způsobem podle tohoto vynálezu, jak je demonstrováno na obr. 6, se hlavní podíl xylitolu odstraní z roztoku pomocí stupňů hrubé krystalizace a překrystalování. Hlavní podíl galaktitolu se odstraňuje odstředěním nebo sedimentací z matečného louhu po hrubé krystalizaci a množství zbývajících nečistot v netečném louhu se významně snižuje.

Tímto způsobem se snižuje množství vody, které se přidává do procesu a které musí být odpařeno. Snižují se dále investiční náklady na zařízení, protože i když je zapotřebí krystalizačního zařízení o zvýšené kapacitě, snižuje se současně požadavek na chromatografickou kapacitu.

Způsob podle tohoto vynálezu je podrobně dále popsán v příkladech provedení.

P ř í k l a d 1

Xylózou bohatý hemicelulózový hydrolyzát březového dřeva neutralizuje a čistí obvyklou technikou vytěsňování iontů a odbarvování. Čištěný hydrolyzát má následující složení:

xylóza	76 % hmot. celkových cukrů
arabinóza	5 % hmot. celkových cukrů
mannóza	7 % hmot. celkových cukrů
galaktóza	4 % hmot. celkových cukrů
glukóza	6 % hmot. celkových cukrů
ostatní	2 % hmot. celkových cukrů

Čištěný hydrolyzát se hydrogenuje na Raney-niklovém katalyzátoru. Teplota činí 130 °C a tlak vodíku 40 kg/cm². Složení hydrogenovaného roztoku je uvedeno v tabulce 2, vzorek bodu č. 1.

Xylitol se krystaluje z hydrogenovaného roztoku odpařením roztoku na 92 % (hmotnost obsahu sušiny) při teplotě 65 °C.

Roztok se naočkuje 0,02 % hmot. krystalů xylitolu a ochladí na teplotu 35 °C. Krystalizace se provádí v obvyklém krystalizátoru, který je opatřen míchacím zařízením. Vykřystaluje 70 % hmot. xylitolu přítomného v roztoku ve formě surových krystalů, které se oddělí z matečných louhů odstředěním. Není-li uvedeno jinak zařízení použité zde a potom v příkladech provedení tohoto vynálezu je šaržový automatický odstředivý filtr s měnitelnou rychlostí, typu popsaného v Chemical Engineering Deskbook, 15. II. 1971 str. 55.

Čistota krystalů je 94 % hmot. a obsahují 0,8 % hmot. galaktitolu a asi 5 % hmot. ostatních polyolů. Surové krystaly se rozpustí ve vodě na roztok o 60 % hmot. a překrystalují. Roztok obsahuje 94 % hmot. xylitolu vyztaženo na sušinu a odpaří se na 88 % hmot. obsahu sušiny. Teplota začínající krystalizace je 60 °C.

Roztok se naočkuje 0,02 % hmot. očkovacích krystalů a ochladí na teplotu 30 °C. Krystalizace se provádí v obvyklém krystalizátoru, který je opatřen mixérem. Krystaly se oddělí odstředěním a získá se 65 % xylitolu ve formě čistých krystalů.

Postup podle tohoto příkladu se provádí tak, jak je znázorněno na proudovém diagramu na obr. 2 připojených výkresů. Číslice 211 až 217 označují různé stupně postupu, jak je uvedeno dále.

Číslice na obr. 2 označují následující: 201 čištěný hydrolyzát, 202 hydrogenace, 203 přidaná voda (1 153 kg), 204 krystalizace 1 (hrubá), 205 přidaná voda (54 kg), 206 krystalizace 2 (čistá, 207 odpařená voda (51 kg), 208 přidaná voda (17 kg), 209 xylitol, 210 přidaná voda (50 kg), 211 odstranění galaktitolu, 212 galaktitol, 213 přidaná voda (4 kg), 214 chromatografická dělicí pryskyřice (Sr^{++} -forma), 215 chromatografická dělicí pryskyřice (Al^{+++} -forma), 216 odpařená voda (622 kg) a 217 směs polyolů.

Analýza materiálu z každého bodu odběru vzorků vyznačeného na obr. 2, je udána odpovídající číslicí (1 až 18). S odkazem na obr. 2, čištěný hydrolyzát 1, po hydrogenaci se spojuje s matečným louhem 2, ze stádia překrystalování, krystalizace 2 a 3 vracenými frakcemi 3 bohatými xylitolem, za vzniku náplně pro hrubou krystalizaci 1.

Spojený matečný loup a promývací tekutiny po odstranění galaktitolu, proud 9, se rozdělí do dvou paralelních proudů 10 a 11. Xylitolem bohaté frakce z obou kolon se spojí a vracejí se do oběhu do hrubé krystalizace 3. Zbývající nečistá frakce se spojí s vedlejším produktem, obsahujícím směs polyolů, který se odstraňuje na systému.

Výtěžek čistého xylitolu je 96 % hmot., vztaženo na xylitol přítomný v hydrogenovaném roztoku.

Analýza xylitolu po vysušení krystalů:

	% hmot.
voda (Karl Fischerovou metodou)	0,07
popel (konduktivita)	0,001
xylitol	99,9 (plyn. chrom.)
sorbitol	0,1
galaktitol	0,0
mannitol	0,0
arabinitol	0,0

Čistota krystalů byla vyšší než 99,5 % hmot. a obsahovaly méně než 0,2 % hmot. galaktitolu.

Při hrubé krystalizaci hlavní část galaktitolu přítomná v roztoku krystaluje ve formě mikrokrytalů, které se vymývají košem odstředivky a zůstávají v matečném louhu. Mikrokrystaly galaktitolu se oddělí od sirupu odstředěním v sedimentační odstředivce, separátoru oddělujícím pevné hmoty typu Alfa-Laval, popsaném jako model pro chemický průmysl BRPB 3096, prodávaném firmou Alfa-Laval, De- Laval Group, Švédsko. Sirup se potom rozdělí na dvě části a dělí na dvou paralelních kolonách, které se plní polystyren-sulfonátovou pryskyřicí zesítěnou divinylbenzenem. Jedna z kolon je plněna pryskyřicí v Al^{+++} -formě a druhá pryskyřicí v Sr^{+++} -formě.

T a b u l k a 2

Materiálová bilance výroby xylitolu pomocí dvojité krystalizace spojené s odstraněním mikrokrytalického galaktitolu a frakcionací sirupů

číslo	koncen- trace g/100 g	celkové množství ds. kg	H ₂ O kg	složení (kg)						složení %					
				xy	ar	ga	so	ma	os- tat- ní	xy	ar	ga	so	ma	os- tat- ní
1	50	100	100	76	5,5	4,0	5,5	6,5	2,5	76	5,5	4,0	5,5	6,5	2,5
2	70	53	23	45	2,0	1,0	2,7	1,6	0,6	85	3,8	1,9	5,1	3,0	1,1
3	6,6	74	1 051	48	4,7	1,4	16,5	0,9	2,9	64,5	6,3	1,9	22	1,2	3,9
4	92	227	21	169	12	6,4	25	9,0	6,0	74	5,4	2,8	11	4,0	2,6
5	100-70	126	2	118	2,0	1,0	2,7	1,6	0,6	94	1,6	0,8	2,1	1,3	0,5
6	84-60	101	19	51	10	5,4	22	7,4	5,4	50	10	5,3	22	7,3	5,3
7	100	73	-	73	-	-	-	-	-	100	-	-	-	-	-
8	65	4,1	2	1,0	0,2	2,2	0,5	0,2	-	24	4,9	54	12	4,9	-
9	59	97	67	50	10	3,2	21,5	7,2	5,4	51	10	3,3	22	7,4	5,5
10	28	64	94	31,5	7,0	2,3	15	4,9	3,6	49	11	3,6	23	7,6	5,6
11	18	52	242	24,5	7,1	2,5	10,5	4,3	3,5	47	13,5	4,8	20	8,2	6,7
12	3,3	14	418	1,8	1,9	1,6	4,9	3,1	0,6	13	14	11,5	35	22	4,3
13	6,2	33	496	21	4,2	0,5	3,9	0,7	2,5	64	13	1,5	12	2,1	7,6
14	9,6	5,5	53	1,7	1,0	0,4	1,7	0,5	0,3	30	18	7,1	30	8,9	5,4
15	4,0	9,0	216	0,2	3,4	0,2	0,1	3,2	1,9	2,238	2,2	1,1	36	21	
16	7,0	42	553	27	0,5	0,9	13	0,2	0,4	65	1,2	2,2	30	0,5	1,0
17	6,0	13,5	212	4,3	3,1	1,2	2,1	1,5	1,3	32	23	8,8	16	11	9,6
18	3,5-65	23	534	2,0	5,3	1,9	5,0	6,3	2,5	8,7	23	8,3	22	27	11

Číslice se týkají bodů vzorků na obr. 2

xy = xylitol

ar = arabinitol

ga = galaktitol

so = sorbitol

ma = mannitol

d.s. = suchá látka

P ř í k l a d 2

Čištěný hemiceulózový hydrolyzát se hydrogenuje jako v příkladu 1. Surový xylitol krystaluje z roztoku, krystaly se rozpustí a čistý xylitol se získává jako v příkladu 1. Z matečného louhu se galaktitol odstraní jako v příkladu 1.

Sirup se potom podrobí frakcionaci na dvou paralelních kolonách, které jsou podobné jako v příkladu 1. Frakce bohaté xylitolem, 13 a 16 z obou kolon se spojí a vrátí do stupně hrubé krystalizace. Vracené frakce 14 a 17 z obou kolon se spojí a vrátí k sirupu, ze kterého se odstraní galaktitol.

Zbylé nečisté frakce 12 a 15 se spojí s vedlejším produktem obsahujícím směs polyolů, který se odstraňuje ze systému 19.

Způsob je vysvětlen na obr. 3. Odpovídající materiálová bilance je uvedena v tabulce 3 níže.

Výtěžek čistého xylitolu je 96 % hmot. Čisté krystaly obsahují více než 99,5 % hmot. xylitolu a méně než 0,2 % hmot. galaktitolu.

Číslice na obr. 3 znamenají toto:

301 čištěný hydrolyzát, 302 hydrogenace, 303 odpařená voda (1 148 kg), 304 krystalizace

(hrubá), 305 přidaná voda (52 kg), 306 krystalizace (čistá), 307 odpařená voda (49 kg), 308 přidaná voda (18 kg), 309 xylitol, 310 přidaná voda (50 kg), 311 odstranění galaktitolu, 312 galaktitol, 313 chromatografická dělicí pryskyřice (Sr^{++} -forma), 314 chromatografická dělicí pryskyřice (Al^{+++} -forma), 315 odpařená voda (598 kg) a 316 směs polyolů.

T a b u l k a 3

Materiálová bilance výroby xylitolu pomocí dvojité krystalizace spojené s odstraněním mikrokrystalického galaktitolu a frakcionace sirupů

č.	koncen- trace g/100 g	celkové množství ds. kg	H_2O kg	složení (kg)						složení %					
				xy	ar	ga	so	ma	os- tat- ní	xy	ar	ga	so	ma	os- tat- ní
1	50	100	100	76	5,5	4,0	5,5	6,5	2,5	76	5,5	4,0	5,5	6,5	2,5
2	70	53	23	45	1,8	1,1	2,9	1,6	0,5	85	3,4	2,1	5,5	3,0	0,9
3	6,7	75	1 047	48	3,8	1,7	18	0,8	2,3	64	5,1	2,3	24	1,1	3,1
4	92	227	22	169	1	6,7	26	8,9	5,4	74	4,8	3,0	11,5	3,9	2,4
5	-70	126	2-54	118	1,8	1,1	2,9	1,6	0,5	94	1,4	0,9	2,3	1,3	0,4
6	84-60	102	20-70	51	9,3	5,7	23,5	7,3	4,8	50	9,2	5,6	23	7,2	4,7
7	100	73	-	73	-	-	-	-	-	100	-	-	-	-	-
8	65	4,2	2,0	1,0	0,2	2,3	0,5	0,2	-	24	4,8	55	12	4,8	-
9	59	97	68	50	9,1	3,4	23	7,1	4,8	51	9,3	3,5	24	7,3	4,9
10	25	72	226	35	8,1	3,3	16	5,2	3,9	49	11	4,6	23	7,2	5,4
11	25	47	149	23	5,4	2,2	11	3,4	2,6	49	11	4,7	23	7,2	5,5
12	3,3	12	346	1,8	1,5	1,5	4,9	1,7	0,4	15	13	13	41,5	14	3,4
13	6,2	30	458	19	3,2	0,4	4,8	0,6	1,9	64	11	1,3	16	2,0	6,3
14	9,5	5,1	49	1,8	0,7	0,3	1,7	0,3	0,3	35	14	5,9	33	5,9	5,9
15	4,0	11	264	0,2	3,8	0,2	0,1	4,6	2,1	1,8	34,5	1,8	0,9	42	19
16	7,0	44	589	29	0,6	1,3	13	0,2	0,4	65	1,4	29	30	0,5	0,9
17	6,0	17	258	6,2	3,7	1,8	2,3	1,2	1,4	37	22	11	14	7,2	8,4
18	8,6	22	307	8,0	4,4	2,1	4,0	1,5	1,7	37	20	9,7	18	6,9	7,8
19	3,6-65	23	610-12	2,0	5,3	1,7	5,0	6,3	2,5	8,8	23	7,5	22	28	11

Čísla se týkají bodů vzorků na obr. 3

xy = xylitol

ar = arabinitol

ga = galaktitol

so = sorbitol

ma = mannitol

d.s. = suchá látka

Příklady 3 a 4 objasňují dělicí stupeň na kolonách v Al^{+++} - a Sr^{++} -formě.

Viz rovněž obr. 5 a 4. Na obr. 4 je objasněno dělení na Sr^{++} -pryskyřici, na obr. 5 dělení na pryskyřici Al^{+++} . Zkratky na obr. 4 a 5 znamenají následující:

sc = koncentrace pevných látek

xy = xylitol

ar = arabinitol

ga = galaktitol

so = sorbitol

ma = mannitol

ot = ostatní

P ř í k l a d 3

Čištěný hemicelulózový hydrolyzáť se hydrogenuje jako v příkladu 1. Surový xylitol se krystaluje z roztoku, krystaly se rozpustí a čistý xylitol se překrystaluje a získává jako v příkladu 1. Matečné louhy po hrubé krystalizaci se spojí s promývacími tekutinami a roztok se dělí na koloně v Al^{+++} -formě.

Spojené matečné louhy a promývací tekutiny se potom podrobí dělicímu stupni tak, že se uvádějí do chromatografické kolony průměru 22,5 cm a výšky 5 m. Naplněna je sulfonovanou polystyrenovou pryskyřicí zesíťnou 3 až 4 % hmot. divinylbenzenu, přičemž pryskyřice je v Al^{+++} -formě. Teplota činí 55 °C.

Pryskyřice má průměrnou velikost částic 0,36 mm. Materiál se rovnoměrně plní do horní části kolony rychlostí 0,0148 m³/hod. Tímto způsobem se na kolonu uvedou 3 kg suché látky ve formě vodného roztoku v poměru 25 g/100 g. Roztok náplně má následující složení:

	% hmot.
xylitol	52
arabinitol	10
galaktitol	7
sorbitol	14
mannitol	13
ostatní	4

Vymývání se provádí vodou. Polyoly se oddělují podle křivky znázorněné na obr. 5. Ode-
bírají se tři frakce. První frakce, která zahrnuje prvních 70 minut postupu, je vedlejší produkt směsi polyolů nebo odpadní frakce, která se shromáždí a odvádí ze systému. Druhá frakce je vratná frakce a zahrnuje dalších 25 minut dělení kolonou.

Tento materiál se vrací k dřívějšímu stádiu procesu, například se kombinuje s matečným louhem z následující hrubé krystalizace. Třetí frakce označovaná jako krystalizační nebo frakce s produktem se získává během posledních 65 minut činnosti kolony a obsahuje vysokou koncentraci xylitolu a poměrně nízkou koncentraci sorbitolu. Tato frakce se spojuje s proudem roztoku xylitolu určeným pro stupeň hrubé krystalizace, jak je to popsáno dříve, v příkla-
dech 1 a 2.

Následující tabulka shrnuje vlastnosti tří frakcí:

Rozdělení cukrů ve třech frakcích (% hmot. celkového množství) je následující:

	frakce s produktem	vratná frakce	odpadní frakce
xylitol	91 %	6 %	3 %
arabinitol	73 %	14 %	13 %
galaktitol	40 %	21 %	39 %
sorbitol	50 %	20 %	30 %
mannitol	28 %	21 %	51 %
ostatní	82 %	9 %	9 %

Složení frakcí (% hmot. sušiny) bylo následující:

	frakce s produktem	vratná frakce	odpadní frakce
xylitol	67 %	25 %	19,5 %
arabinitol	10 %	12,5 %	8 %
galaktitol	4 %	12,5 %	16 %
sorbitol	10 %	24 %	25,5 %

pokračování tabulky

	frakce s produktem	vratná frakce	odpadní frakce
mannitol	5 %	23 %	39 %
ostatní	4 %	3 %	2 %

Celková koncentrace frakce (g/l 000 ml)

	frakce s produktem	vratná frakce	odpadní frakce
	102 g/l	90 g/l	26 g/l

P ř í k l a d 4

Čištěný hemicelulózový hydrolyzát se hydrogenuje jako v příkladu 1. Surový xylitol se krystaluje z roztoku, krystaly se rozpustí a čistý xylitol se překrystaluje a získává jako v příkladu 1.

Matečný louh po stupni hrubé krystalizace se spojí s promývacími tekutinami a spojené tekutiny se potom podrobí stupni frakcionace uváděním do chromatografické kolony průměru 22,5 cm a výšce 5 m. Ta se plní sulfonovanou polystyrenovou pryskyřicí zesítěnou 3 až 4 % hmot. divinylbenzenu, přičemž pryskyřice je v Sr^{++} -formě. Teplota činí 55 °C.

Průměrná velikost částic pryskyřice činí 0,4 mm. Materiál se plní do horní části kolony rychlostí 0,0279 m³/hod. Touto rychlostí se na kolonu dodají 3 kg suché látky ve formě vodného roztoku v poměru 23 g/100 g vody. Náplň má následující složení:

	% hmot.
xylitol	51
arabinitol	13
galaktitol	5
sorbitol	12
mannitol	13
ostatní	6

Vymývání se provádí vodou. Polyoly se oddělují jak je znázorněno na obr. 4. Odebírají se tři frakce. První frakce, která trvá prvních 50 minut postupu je vedlejší produkt směsi polyolů nebo odpadní frakce, která se shromažďuje a odvádí ze systému. Druhá nebo vratná frakce zahrnuje dalších 10 minut činnosti kolony a tento materiál se vrací do dřívějšího stadia procesu, spojuje se například s matečným louhem z následující hrubé krystalizace.

Třetí frakce, označená jako frakce s produktem, zahrnující posledních 70 minut, obsahuje vysokou koncentraci xylitolu a poměrně nízkou koncentraci sorbitolu, jak je ukázáno na obr. Tato frakce se spojuje s proudem roztoku xylitolu určeným do stupně hrubé krystalizace, jak je popsáno dříve v příkladu 1 a 2.

Vlastnosti tří frakcí shrnuje následující tabulka:

Rozdělení cukrů ve třech frakcích (% hmot. celkového množství) je následující:

	frakce s produktem	vratná frakce	odpadní frakce
xylitol	84,5 %	15 %	0,5 %
arabinitol	7 %	43 %	50 %
galaktitol	38,5 %	51,5 %	10 %
sorbitol	87 %	13 %	< 0,5 %
mannitol	3,5 %	29,5 %	76 %
ostatní	11 %	1 %	16 %

Složení frakcí (% hmot. sušiny) je následující:

	frakce s produktem	vratná frakce	odpadní frakce
xylitol	75 %	33 %	1,5 %
arabinitol	2 %	25 %	35 %
galaktitol	3 %	10 %	2,5 %
sorbitol	18 %	7 %	< 0,5 %
mannitol	1 %	4 %	45 %
ostatní	1 %	1 %	16 %

Celková koncentrace frakcí (g/l 000 ml)

	frakce s produktem	vratná frakce	odpadní frakce
	49 g/l	69 g/l	22 g/l

Z příkladů 3 a 4 je zřejmé, že dvě různé kolony dělí polyoly odlišně. Tohoto rozdílu se používá při způsobu podle vynálezu, aby se dosáhlo zlepšení čištění a zvýšení výtěžku. Je výhodné rozdělit tekutiny, které mají být děleny, na dva paralelní proudy, přičemž jeden se uvádí na kolonu v Al^{+++} -formě a druhý na kolonu v Sr^{++} -formě. Dělicí účinek je pochopitelně lepší, když jsou kolony v sériích. Paralelní způsob je výhodnější v důsledku menšího zředění roztoků.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob získávání krystalického xylitolu farmaceutické jakosti z vodného roztoku obsahujícího xylitol a jiné polyoly, při němž se nechá vykrystalovat během hrubé krystalizace největší část xylitolu, surové krystaly xylitolu oddělené z matečného louhu se rozpouštějí ve vodě a překrystalovávají z roztoku, přičemž se xylitol získává ve formě čistých krystalů a zůstává matečný louh, vyznačující se tím, že xylitol se získává z matečného louhu po hrubé krystalizaci a/nebo překrystalování tím, že alespoň část matečného louhu se podrobí chromatografické frakcionaci alespoň na dvou paralelně uspořádaných kolonách, které obsahují sulfonovanou kationtovou divinylbenzenem zesíťnou polystyrenovou iontoměničovou pryskyřici, a jedna z kolon obsahuje pryskyřici s navázaným kationtem kovu alkalické zeminy a druhá z kolon s Al^{+++} nebo Fe^{+++} , přičemž nanášení roztoku je voleno tak, že jedna část je vedena jednou kolonou a druhá část druhou kolonou, načež se žádané frakce z každé z obou kolon spojí a část produktu se recykluje do stupně hrubé krystalizace.

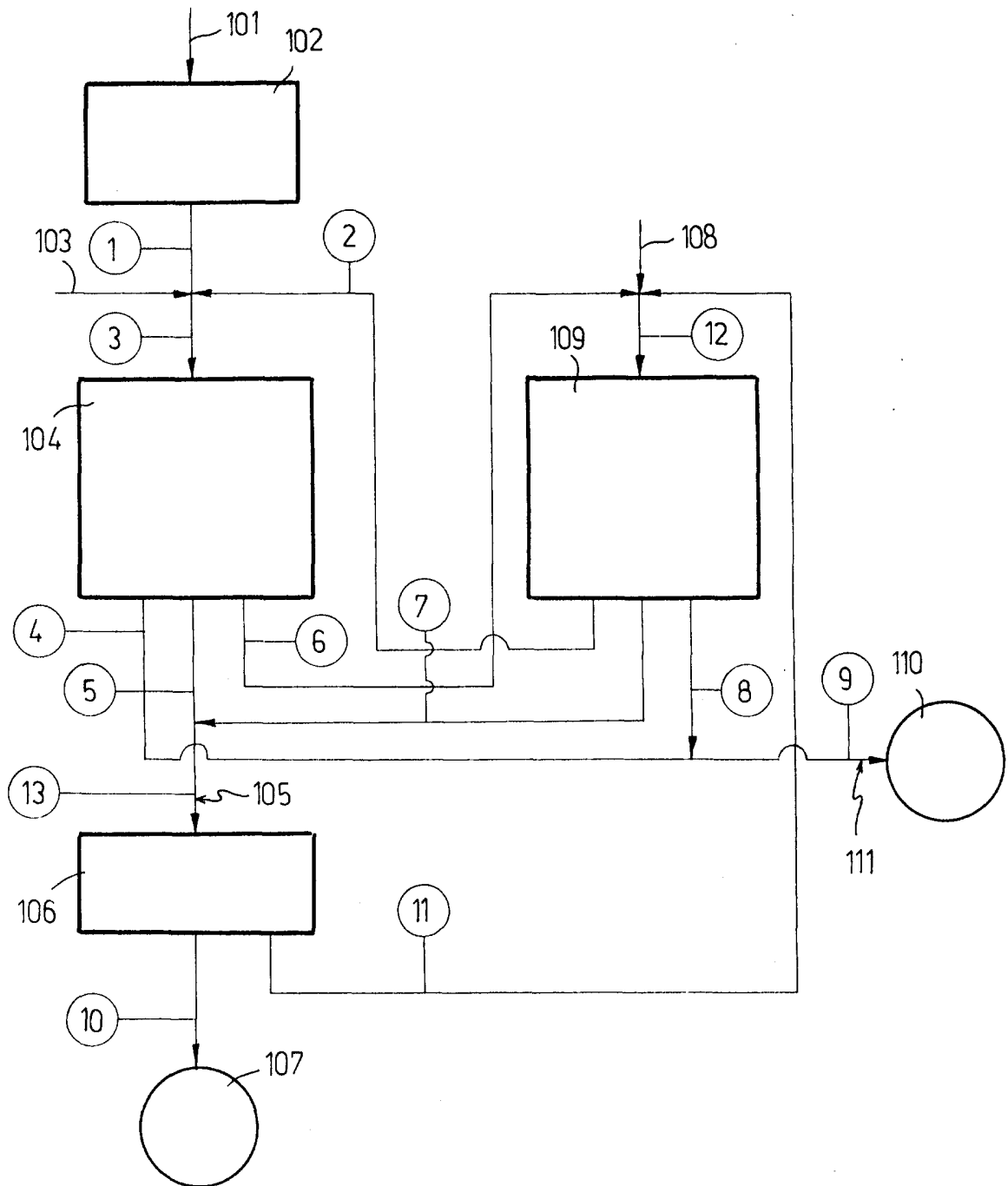
2. Způsob podle bodu 1, k získávání krystalického xylitolu, který obsahuje méně než 0,2 hmotnostních % galaktitolu z čistého hydrolyzátu hemicelulózy, bohatého pentozami, získaného hydrogenací, který obsahuje 60 až 86 hmotnostních % xylitu a dalších polyolů, vztaženo na sušinu, vyznačující se tím, že k získání xylitolu z matečného louhu po hrubé krystalizaci se tento matečný louh podrobuje chromatografické frakcionaci, při které se odebírá a) vedlejší

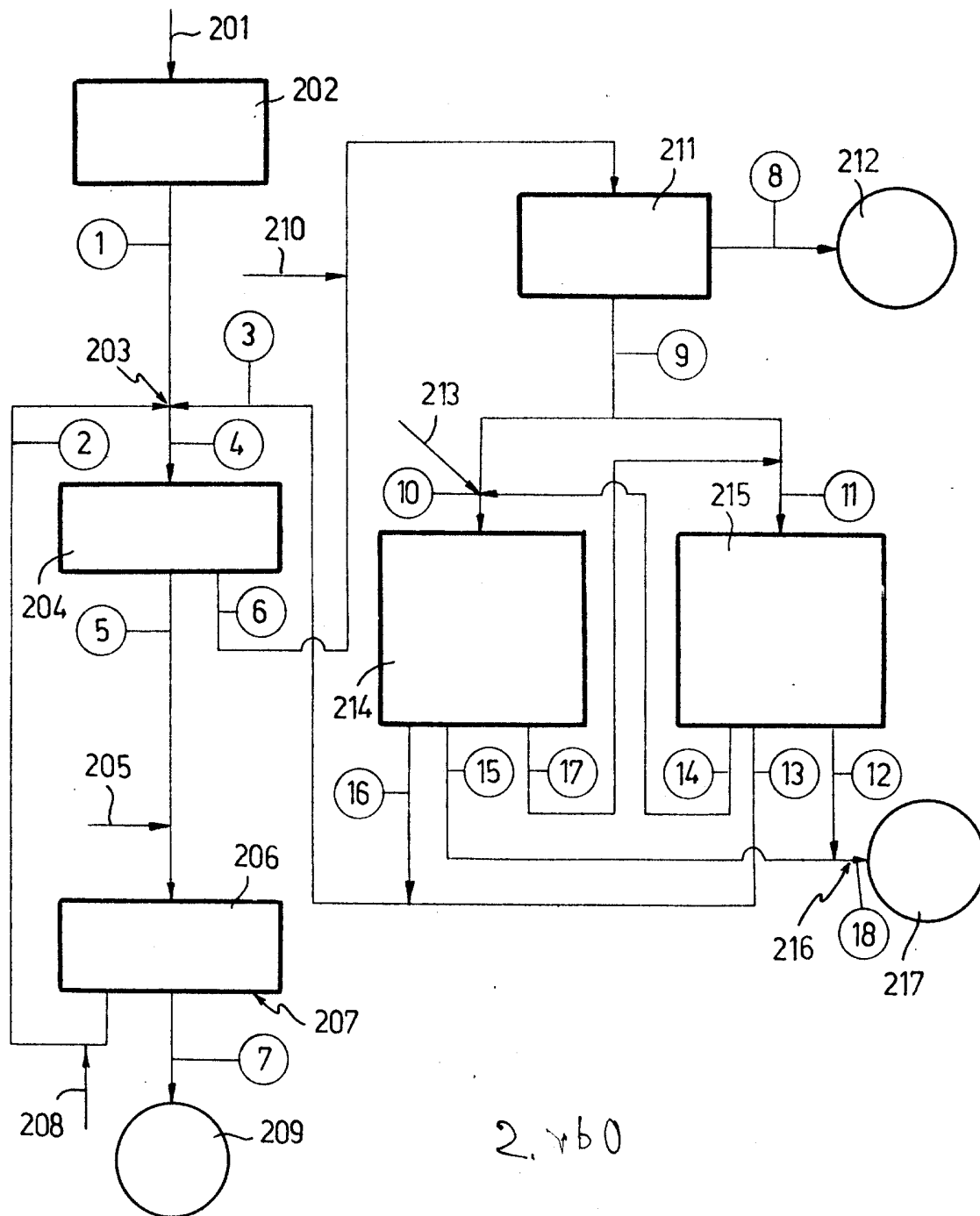
frakce polyolů, která se odstraňuje, b) frakce, která se vrací zpět do roztoku vedeného na chromatografickou kolonu, a c) frakce bohatá xylitolem, a tato frakce bohatá xylitolem se vrací do stupně hrubé krystalizace.

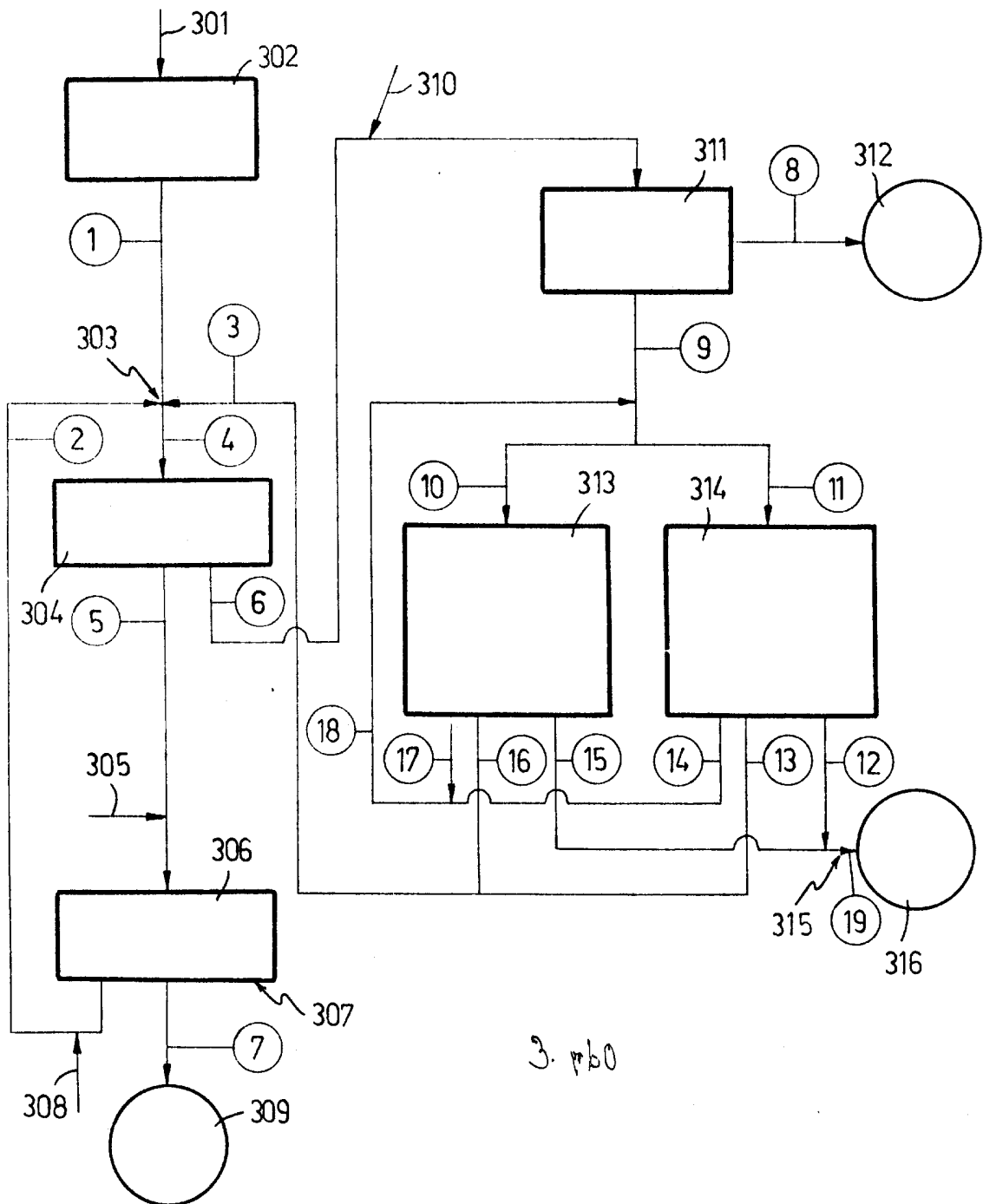
3. Způsob podle bodu 2, vyznačující se tím, že xylitol zbylý v matečném louhu po hrubé krystalizaci se recykluje před stupeň hrubé krystalizace xylitolu, kde se spojuje se směsí polyolů, která slouží jako výchozí roztok.

4. Způsob podle bodu 2, vyznačující se tím, že k získání xylitolu se dělí na dva podíly matečný louh po hrubé krystalizaci, první díl matečného louhu se vede na jednu z chromatografických kolon, která obsahuje divinylbenzenem zesítěnou sulfonovanou polystyrenovou kationtovou výměnnou pryskyřici obsahující kationt kovu alkalické zeminy, získává se frakce vedlejšího produktu a frakce bohatá xylitolem, druhý díl matečného louhu se vede na chromatografickou kolonu, která obsahuje divinylbenzenem zesítěnou polystyrenovou kationtovou výměnnou pryskyřici s kationtem Al^{+++} nebo Fe^{+++} , přičemž se získává frakce vedlejšího produktu obsahující směs polyolů a frakce bohatá xylitolem, potom se analogické frakce z obou kolon spojují, frakce vedlejších produktů obsahující směs polyolů se částečně odstraňuje ze systému, a částečně se znovu přivádí jakožto vratná frakce, přičemž se spojuje s roztokem nanášeným na chromatografický sloupec, a frakce bohatá xylitolem se recykluje k proudu přiváděnému do stupně hrubé krystalizace.

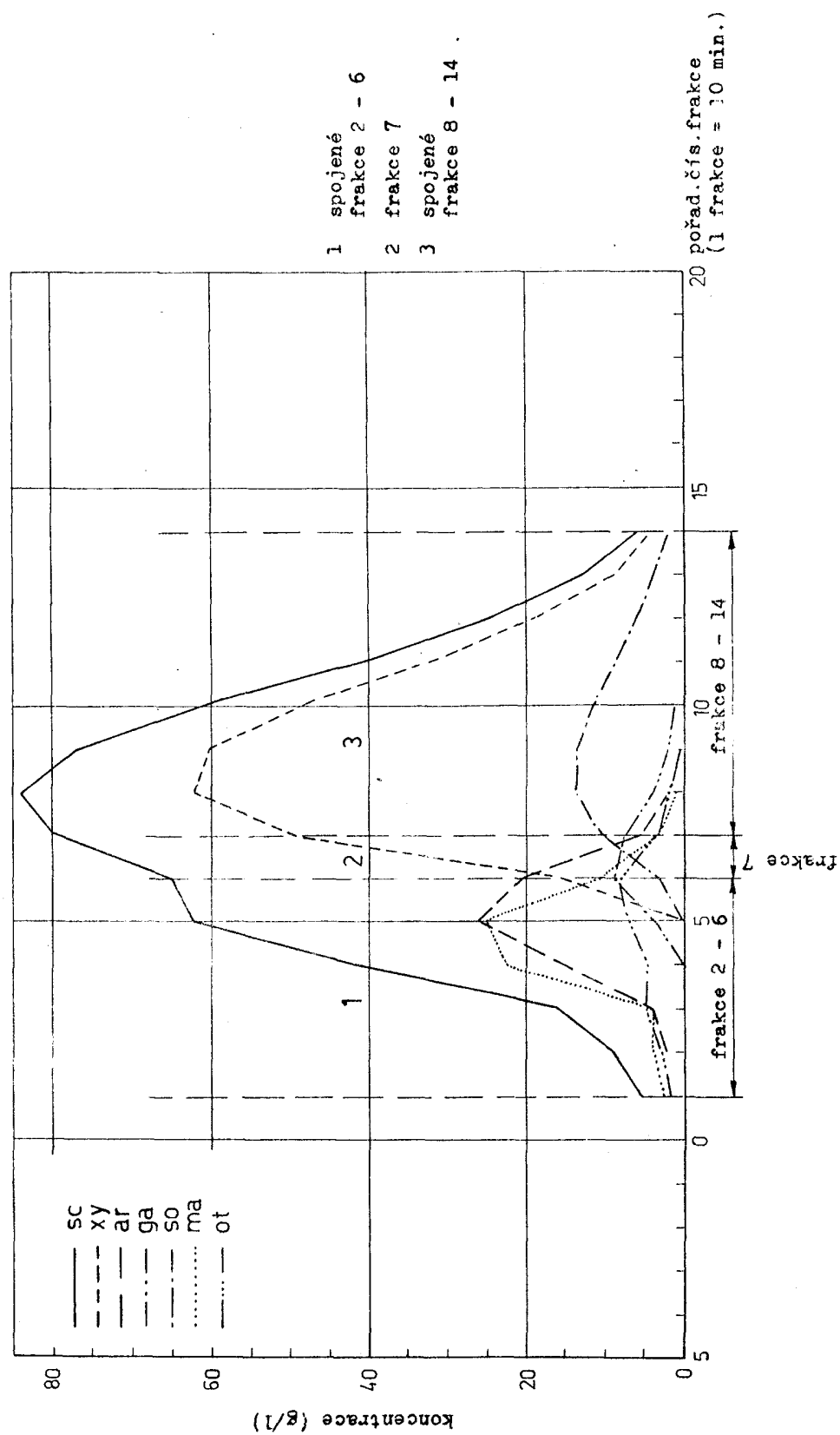
251754

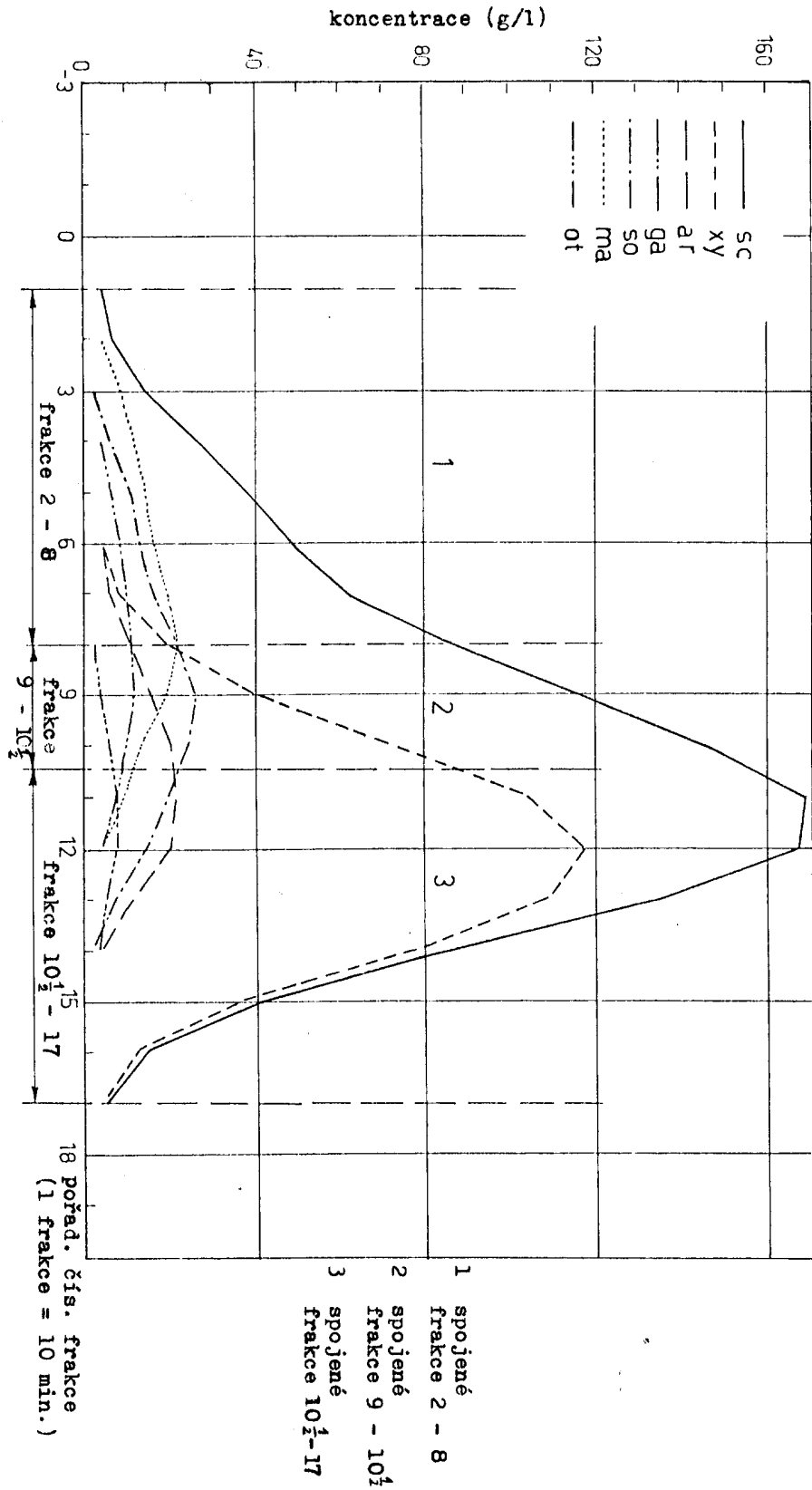


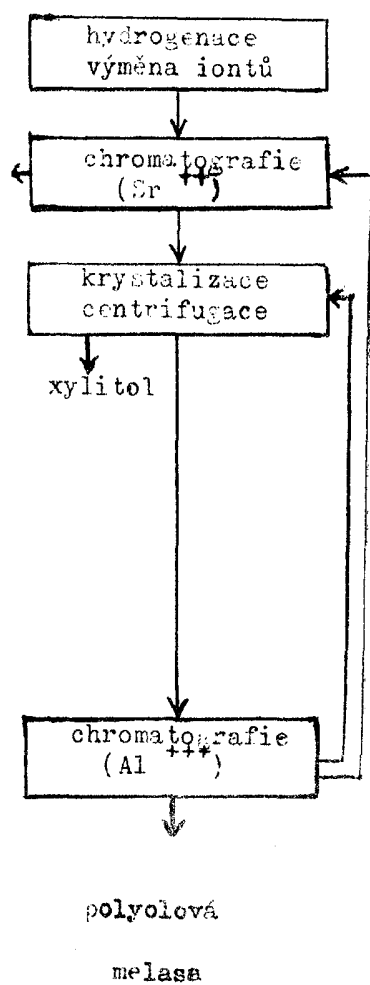
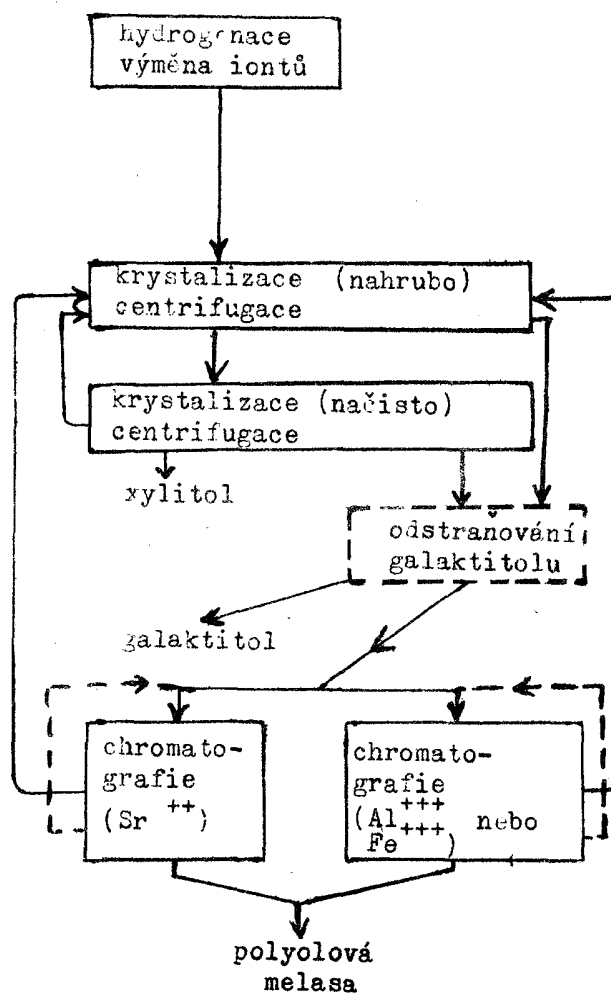




OBR. 4
 FRAKČNACE SMĚSI POLYOLŮ NA PRYSKYŘICI VE FORMĚ 3r⁺⁺



OBR. 5
FRAKČIONACE SMĚSI POLYOLŮ NA PRYSKYŘICI VE FORMĚ Al⁺⁺⁺

ZNÁMÝ ZPŮSOBZPŮSOB PODLE VYNÁLEZU

Obr.6.