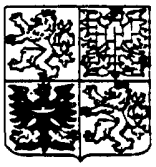
PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

281 653

ČESKÁ REPUBLIKA

(19)



ÚŘAD PRŮMYSLOVÉHO VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **3073-90**

(22) Přihlášeno: 20. 06. 90

(40) Zveřejněno: 15. 01. 92

(47) Uděleno: 07. 10. 96

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: 11. 12. 96

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.[6]:
C 07 H 3/04

(73) Majitel patentu:
DUPHAR INTERNATIONAL RESEARCH B.V., Weesp, NL;

(72) Původce vynálezu:
Dorscheid Michael ing., Weesp, NL;
Krumbholz Rudolf dr., Weesp, NL;

(54) Název vynálezu:
Způsob výroby laktulózy

(57) Anotace:
Způsob výroby laktulózy, při němž se připraví vodný alkalický roztok laktózy a boraxu, který se zahřeje na teplotu nad 80 °C, a ze získaného konverzního produktu se oddělí vzniklá laktulóza, přičemž reakce je prováděna při přirozené hodnotě pH roztoku boraxu za podmínek výrobního postupu. Výhodně se borax vytváří ve vodném roztoku kyseliny borité, přičemž se sodné ionty přenášejí z roztoku konverzních produktů do roztoku kyseliny borité elektrodialýzou.

CZ 281 653 B6

Způsob výroby laktulózy

Oblast techniky

Vynález se týká způsobu výroby laktulózy, při kterém se alkalický vodný roztok laktózy a boraxu připraví a zahřívá se na teplotu nad 80 °C a laktulóza se oddělí ze získaných produktů konverze.

Dosavadní stav techniky

Tento způsob je znám například z Chemical Abstracts 86: 173382h. Protože konverze vyžaduje alkalické prostředí, přidává se přídavně roztok hydroxidu sodného. Výtěžek způsobu je poměrně vysoký. Kyselina boritá vytváří s laktulózou komplex, který posunuje rovnováhu směrem k laktóze. Kromě toho se z laktózy jakožto konverzní produkty vytvářejí galaktóza, tagatóza, jiné cukry, organické kyseliny a barviva.

Podstata vynálezu

Úkolem vynálezu je vyvinout způsob výroby laktulózy, který je podobně ekonomický, který je však ekologicky výhodnější.

Tento úkol je podle vynálezu vyřešen tak, že se při shora uvedeném způsobu nehledě na borax do roztoku nepřidává v podstatě žádná alkálie.

Tak se podstatně snižuje zatížení odpadních vod alkalickými solemi, které se vytvářejí po odstranění alkalických iontů iontoměniči při regeneraci iontoměničů.

Jakožto další splnění shora uvedeného požadavku umožňuje způsob recyklování sodných iontů podle dvou modifikovaných provedení způsobu podle vynálezu:

Jedno provedení je založeno na tom, že se borax vytváří ve vodném roztoku kyseliny borité, s výhodou již současně s laktózou, přičemž se sodné ionty převádějí z roztoku konverzních produktů do roztoku kyseliny borité elektrodialysou. Při tomto způsobu je možné dokonalé recyklování sodných iontů.

K tomuto účelu je zapotřebí toliko dvou komor oddělených katexovou membránou. Jedna komora je katodovým oddělením a protéká jí roztok kyseliny borité, s výhodou roztok kyselina boritá - laktóza. Roztok produktů konverze protéká druhou komorou, která je anodovým oddělením. Za vneseného napětí se sodné ionty pohybují do první komory, takže se vytváří boraxový roztok v této komoře.

Druhé provedení způsobu podle vynálezu je založeno na tom, že se sodné ionty odstraňují z roztoku produktů konverze v podstatě tak dokonale, jak je to možné prostřednictvím slabě kyselého ionexu a teprve potom silněji kyselým ionexem, přičemž slabě kyselý ionex se s výhodou alespoň částečně regeneruje kyselinou boritou a takto vytvořený borax se alespoň částečně znovu využívá.

Jinak řečeno: Pokud je koncentrace sodného iontu v roztoku konverních produktů tak vysoká, že slabě kyselý ionex váže také sodné ionty, používá se takového ionexu. Silněji kyselý ionex se potom použije jen k dokončení oddělení sodných iontů z roztoku. Jakožto výsledek výhodné regenerace slabě kyselého ionexu kyselinou boritou zůstávají sodné ionty, vázané kyselinou boritou, ve výrobním cyklu. Pouze jejich zbytek se dostává do odpadních vod. Avšak i v případě, kdy se slabě kyselý ionex neregeneruje kyselinou boritou, je jeho použití výhodné. V každém případě se může regenerovat slabou kyselinou, což je z ekologického hlediska výhodnější. Kyselina uhličitá je například z ekologického hlediska nezávadná.

Jako další provedení způsobu podle vynálezu se doporučuje pro oddělování laktulózy roztok reakčních produktů po oddělení sodných iontů, před oddělením nebo po oddělení boritanových iontů, s výhodou po odpaření na obsah sušiny 15 až 20 % hmotn., vést dlouhou nádobou vyplněnou slabě zásaditým ionexem jakožto chromatografickou kolonou, s výhodou při teplotě 30 až 60 °C, přičemž se jako elučního prostředí používá vody. Uvedenými procenty jsou zde, stejně jako v celém popisu, procenta hmotnostní.

Toto nové použití ionexu vede k vynikajícími oddělené laktulózy, avšak také galaktózy ze směsi reakčních produktů. Laktulóza se může získat ve stupni čistoty nad 99 %, což až dosud bylo možné v průmyslovém měřítku pouze za nesmírných nákladů.

Jakožto poslední stupeň způsobu podle vynálezu a modifikovaného způsobu podle vynálezu se konečně doporučuje pro výrobu práškovité laktulózy přidávat, s výhodou nastříkávat, koncentrovaný roztok laktulózy o čistotě alespoň 90 % laktulózy, vztaženo na sušinu, na laktulózový prášek, který se uvádí do pohybu, s výhodou se míchá, pomalu k rychlé distribuci nástřiku v laktulózovém prášku; nástřik je jemný, aby laktulózový roztok vždy vytvořil pouze tenký film na povrchu části prášku, čímž pevný materiál na práškovitých částicích narůstá.

Je známo, že není možné jednoduše krystalizovat laktulózu koncentrací z vodného roztoku.

Methanol a jiné organické rozpouštědlo se přidává při výrobě laktulózového prášku, protože má laktulóza v těchto rozpouštědlech menší rozpustnost a sráží se. Mechanicky oddělený a vysušený prášek je pak vždy znečištěn zbytky rozpouštědla.

Způsob podle vynálezu naopak umožňuje výrobu volně tekoucího, jen slabě hygroskopického laktulózového prášku vysoké čistoty.

Při způsobu podle vynálezu je rozhodující pomalé přidávání a bezprostřední distribuce a rozdělení laktulózového sirupu na zrnech prášku k vytvoření tenkého filmu. Je třeba se právě vyhnout pouze lokálnímu nahromadění sirupu. Nadto již krystalický materiál se nemusí rozpouštět opět do sirupu. Pro tento účel je například vhodné rozprašovací sušení, lopatkový sušák a jiné sušáky s horkým vzduchem mající míchací mechanismy.

Shora uvedená doporučení pro přípravu boraxového roztoku elektrodialysou, pro odstraňování sodných iontů z roztoku produktů konverze slabě kyselým ionexem, pro oddělování laktulózy slabě zásaditým ionexem jakožto chromatografickou kolonou a pro výrobu práškovité laktulózy jsou v kombinaci výhodné pro provádění způsobu podle vynálezu, avšak každé toto opatření, použité samo, také přináší určité přednosti.

Způsob podle vynálezu objasňuje následující příklad praktického provedení, který však vynález nijak neomezuje.

Příklady provedení

Příklad

Na teplotu 95 °C se zahřeje a na této teplotě se po dobu tří hodin udržuje 175 kg monohydrátu laktózy, 46,3 kg boraxu a 800 kg demineralizované vody. Vznikne směs reakčních produktů obsahující v podstatě 74,2 kg laktulózy, 75,3 kg laktózy, 8,0 kg galaktózy a 0,8 kg tagatózy. Vzniklý roztok směsi cukrů se vede slabě kyselým ionexem a potom silněji kyselým ionexem, takže se odstraní sodné ionty pocházející z boraxu. Roztok se potom odpaří na obsah 15 % hmotn. sušiny.

Roztok, mající tuto koncentraci, se vede chromatografickou kolonou obsahující slabě zásaditý ionex.

Kolona je tvořena dutým válcem, majícím průměr přibližně 90 cm a výšku 2 m, naplněným 1 000 litru slabě zásadité ionexové pryskyřice. Zavede se 1 000 l roztoku o teplotě 40 až 60 °C do kolony, která je předem naplněna vodou a následně doplněna vodou za průtokové rychlosti 1 až 2 objemy vrstvy/hodina.

Obrázek 1 ukazuje dosažené rozdělení složek roztoku (rozdělení směsi cukrů). Je vidět, že je možno dosáhnout s pouze malou ztrátou téměř čisté laktulózové frakce prosté jiných cukrů. Obzvláště překvapivé je ostré rozdělení laktózy a laktulózy. Na obrázku 1 symbol c znamená koncentraci v g/100 ml, symbol f znamená frakce, L znamená laktulózovou frakci prostou jiných cukrů.

Získaný laktulózový roztok se zbaví kyseliny borité v ionexu specifickém pro bor a potom se odpaří na obsah 65 % hmotn. laktulózy například ve vakuu při 40 000 Pa. Potom se získá prodejný sirup. Sirup se však může převést na prášek.

K tomuto účelu se například používá párou vyhřívaného lopatkového sušiče (De Dietrich SP 200) o celkové kapacitě 200 litrů, s užitečným obsahem 130 litrů, přičemž rychlost míchadla je dána počtem otáček 10/min. Do nádoby se vnese 20 kg práškovité laktulózy a celkem 100 kg sirupu se zahřeje na 60 °C a zavádí se rychlostí 2 l/hodina. Vše se potom suší po dobu 30 minut. 20 kg získaného prášku se potom ponechává jako vzorek pro další dávku.

Místo přidávání boraxu, jak je shora popsáno, se může použít následujícího způsobu:

Rozpustí se za míchání při teplotě přibližně 45°C 175 kg monohydrátu laktózy, 30 kg kyseliny borité a 600 kg demineralizované vody a vede se popsaným slabě kyselým ionexem, který je nasycen sodnými ionty. Eluce se provádí demineralizovanou vodou. Vzniklý roztok, který regeneroval ionex alespoň částečně kyselinou boritou a přijal sodné ionty se potom roztokem hydroxidu sodného upraví na hodnotu pH 8,3, to znamená na hodnotu pH shora popsaného laktózo-boraxového roztoku.

Konverse pak probíhá jako s uvedeným roztokem.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob výroby laktulózy, při němž se připraví alkalický vodný roztok laktózy a boraxu, který se zahřeje na teplotu nad 80 °C, a ze získaného konverzního produktu se oddělí vzniklá laktulóza, **vyznačující se tím**, že se reakce provádí při přirozené hodnotě pH roztoku boraxu za podmínek výrobního postupu.

2. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že se borax vytváří ve vodném roztoku kyseliny borité, výhodně již zároveň s laktózou, přičemž se sodné ionty přenášejí z roztoku konverzních produktů do roztoku kyseliny borité elektrodialýzou.

3. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že se sodné ionty odstraňují z roztoku konverzních produktů nejprve slabě kyselým ionexem a teprve potom kyselejším ionexem.

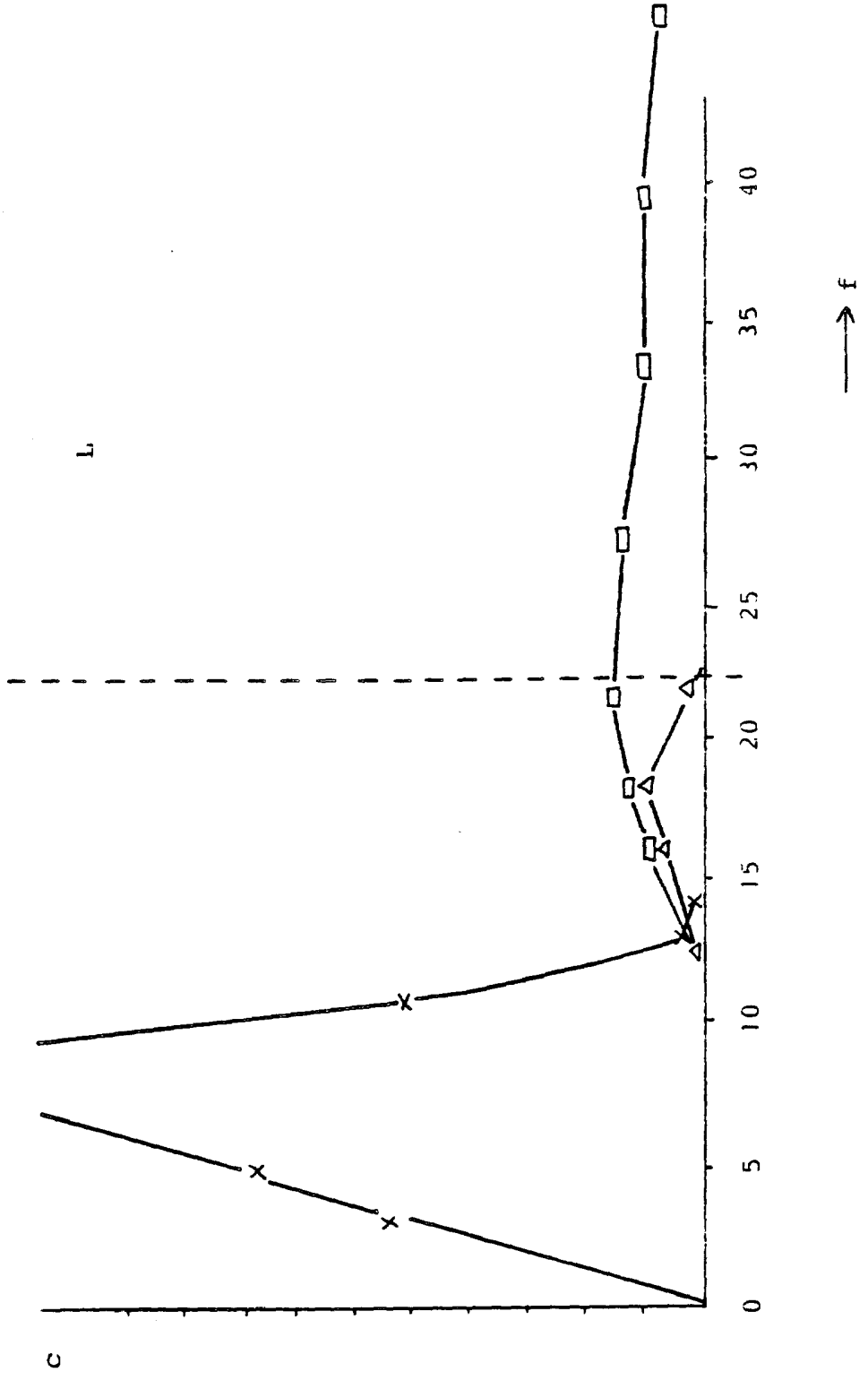
4. Způsob podle nároku 3, **vyznačující se tím**, že se slabě kyselý ionex alespoň částečně regeneruje kyselinou boritou, přičemž borax, vzniklý při této regeneraci, se alespoň zčásti použije při výrobě laktulózy způsobem podle nároku 1.

5. Způsob podle libovolného z nároků 1 až 4, **vyznačující se tím**, že pro oddělení laktulózy se roztok reakčních produktů po odstranění sodných iontů, před oddělením boritanových iontů, výhodně po odpaření na obsah sušiny 15 až 20 % hmotn., vede chromatografickou kolonou, naplněnou slabě zásaditým ionexem, výhodně při teplotě 30 až 60 °C, přičemž se jako elučního činidla používá vody.

6. Způsob podle libovolného z nároků 1 až 5, **vyznačující se tím**, že pro výrobu práškové laktulózy se k práškové laktulóze, udržované výhodně mícháním v pohybu, pomalu přidává, výhodně nastříkáním, koncentrovaný roztok laktulózy o obsahu laktulózy alespoň 90 % hmotn., vztaženo na sušinu, a rozptyluje se v laktulózovém prášku tak rychle a jemně, že roztok laktulózy vytváří v každém okamžiku pouze tenkou vrstvu na povrchu částic práškové laktulózy, čímž na jejich povrchu dochází k nárůstu tuhého materiálu.

1 výkres

Obr. 1



Konec dokumentu