

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

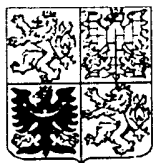
zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

2724-97

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **01. 03. 96**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: 01.03.95, 28.04.95

(31) Číslo prioritní přihlášky: 95/950957, 95/952065

(33) Země priority: FI, FI

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **17. 12. 97**

(Věstník č. 12/97)

(86) PCT číslo: **PCT/FI96/00124**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 96/27029**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.⁶:

C 13 K 13/00

C 13 F 1/02

B 01 D 9/02

(71) Přihlašovatel:

XYROFIN OY, Helsinky, FI;

(72) Původce:

Nurmi Juha, Pinjainen, FI;

Eroma Olli-Pekka, Kotka, FI;

Eriksson Kristian, Turku, FI;

(74) Zástupce:

Hořejš Milan Dr. Ing., Národní 32, Praha 1,
10100;

(54) Název přihlášky vynálezu:

**Způsob izolace organických sloučenin z
roztoků**

(57) Anotace:

Vynález se týká způsobu izolace krystalizovatelných organických sloučenin z roztoků, obsahujících uvedenou sloučeninu. Podle tohoto způsobu sloučenina krystalizuje v podstatě nukleačním způsobem z roztoku, který má vysokou viskozitu a vysoké přesycení, pokud jde o sloučeninu, která se má izolovat, a vytvořené krystaly se izolují.

CZ 2724-97 A3

č.j.	0 6 5 7 2 2
došlo	0 9 . IX . 9 7
URAD PRŮMYSLOVÉHO VLASTNICTVÍ	
Příl.	

Způsob izolace organických sloučenin z roztoků

Oblast techniky

Vynález se týká způsobu, kterým lze izolovat krystalizovatelnou sloučeninu z roztoků obsahujících tuto sloučeninu. Vynález se týká zejména způsobu, kterým lze krystalizovat vodou rozpustné organické sloučeniny z přesycených vodných roztoků, majících vysokou viskozitu a kterým lze následně tyto sloučeniny ze zmíněných roztoků izolovat.

Dosavadní stav techniky

Za dva základní kroky krystalizace lze považovat tvorbu krystalizačních jader (nukleace) a růst krystalů. Ve většině průmyslových procesů je krystalizace založena zejména na růstu krystalů. Stav techniky, týkající se krystalizace, reprezentují například publikace autorů Mathlouthiho M. a Reiser P. „*Sucrose, Properties and Applications*“, Blackie Academic & Profesional, Suffolk, Great Britain, 1995, str. 49 ff. Tato publikace objasňuje krystalizační mechanismus, co se týče jak nukleace, tak růstu krystalů. Pokud jde o průmyslovou krystalizaci sacharózy, tato publikace například uvádí, že je třeba zabránit koncentrování roztoku až do nukleační zóny, tj. zóny, ve které snadno dochází ke spontánní tvorbě jader (str. 58); dále je třeba zabránit tvorbě nekontrolovaného počtu jader (str. 59); poměr krystalů

ku matečnému louhu nelze zvyšovat nad určitou mez (str. 59 až 60); a krystalizace by se měla provádět v metastabilní zóně, která neleží v přílišné blízkosti nukleační zóny a křivky nasycení (str. 60 až 61 a 63 až 64). Metastabilní zóna je zónou, ve které se objevuje spontánní tvorba krystalů pouze v případě, že jsou zmíněné krystaly přítomny. Je třeba zdůraznit, že v této oblasti nevznikají žádné nové krystaly v nepřítomnosti jader. Kromě toho, jak uvádí tato publikace (například str. 57 a 58) příměsi zpomalují rychlost růstu krystalů a mohou dokonce zcela zabránit růstu.

Se zvýšením přesycenosti a snížením teploty roztoku se rovněž zvyšuje viskozita roztoku, což zpomaluje a případně zcela blokuje difúzi molekul, kapalnou vrstvou obklopující krystaly, nebo krystalizační jádra směrem k povrchu krystalu, takže použití známých procesů, založených na růstu krystalů, není dále možné. Jak rovněž uvádí známý stav techniky, vysoká viskozita je rovněž označována jako přímá překážka při separaci krystalů z matečného louhu.

Co se týče krystalizace sacharózy, tyto problémy byly rovněž diskutovány ve výše zmíněné publikaci autorů Mathlouthiho M. a Reiséra P. „*Sucrose, Properties and Applications*“.

Způsoby izolace sacharózy, používané v cukrárenském průmyslu, zpravidla zahrnují tři, po sobě jdoucí, krystalizační kroky. V posledním kroku, který je znám jako 'C' krystalizace, tvoří obsah sacharózy 73 až 75% výchozího materiálu, kterým byl sirup, jedná se

o procenta sušiny. Tento krystalizační krok je pomalý a složitý a v odtoku, tj. melasy, získaném tímto způsobem, je zpravidla ještě stále vysoké procento čisté sacharózy (% sacharózy, vztaženo na sušinu). Toto procento dosahuje přibližně 58 %. Existuje několik způsobů, kterými by se dal zvýšit výtěžek sacharózy, tj. snížit obsah sacharózy v melase. Tyto způsoby zahrnují Quentiniho a Steffenovu metodu a typy metod, založené na frakcionalizaci melasy, popsané ve finském patentu 77 845 (Suomen Sokeri Oy; Heikkila, Melaja, Millner, Virtanen; odpovídající mezinárodně publikované patentové přihlášce WO 81/02420). Tyto frakcionalizační metody umožňují získat z melasy frakci obohacenou betainem, ze které lze izolovat betain.

U běžných metod je možné krystalizovat xylózu pouze v případě, že obsah xylózy představuje alespoň 70 % hmotnosti sušiny. V tomto případě je nezbytné nejprve vyčistit roztok obsahující xylózu, který se získal například jako výsledek hydrolýzy materiálu odvozeného z rostliny, různými ultrafiltracemi, iontovou výměnou, odbarvením, iontovou vylučovací metodou nebo metodou chromatografické separace nebo kombinací těchto metod; kromě toho se pro krystalizaci xylózy použila pomocná rozpouštědla, snižující rozpustnost xylózy.

Výše zmíněné metody separace xylózy, čištění a krystalizace byly popsány například v patentech U 4 631 129 (Heikkila H., Suomen Sokeri Oy), 4 075 406 (Melaja A. J. & Hamalainen L., Suomen Sokeri Oy), 5 084 104 (Heikkila H. & Hofenk G., Institut voor

Bewaring en Verwerking van Landbouwprodukten) a zde uvedených publikacích.

Alternativně, pokud se xylóza připraví hydrolýzou xylanu, lze získat xylózový roztok s dostatečným obsahem xylózy tak, že se ještě před tím, než se bude xylan hydrolyzovat na xylózu, vyčistí. Tento postup je rovněž velmi komplikovaný a nešikovný, jak je zřejmé z publikace B. L. Browninga „Methods of wood chemistry, II“, Interscience Publishers, New York, 1967, s S. C. Frya „The growing plant cell wall: chemical and metabolic analysis, Longman Scientific & Technical, England, 1988.

Podle německé Offenlegungsschrift 1 643 940 (Eickenmeyer R. & Scholler H.), se krystalická xylóza izoluje z hydrolyzátu přírodních látek, obsahujících pentosan a celulózu, krystalizací ze sirupu, obsahujícího přibližně alespoň 70 % xylózy. Sirup se zavede při 70°C do krystalizátoru a krystalická hmota, obsahující 15 až v 33 % xylózy, vztaženo k množství xylózy dodané do krystalizátoru, se z krystalizátoru vyjme při teplotě 48 až 52°C. Krystaly se z této krystalické hmoty odstraní odstředováním a matečný louh, jehož množství představuje 300 až 100 % čerstvého sirupu zavedeného do systému, se sloučí s hydrolyzátem, použitým jako výchozí materiál. Výsledná směs, tvořená matečným louhem a hydrolyzátem se ošetří v kationtovém výměníku a aniontovém výměníku a po odbarvení se směs odpaří za účelem získání sirupu, který se následně zavede do krystalizátoru. Kromě nešikovného čištění tato metoda obsahuje velmi rozsáhlou recyklaci. Podle této publikace se v jedné

krystalizaci získalo pouze malé množství xylózy (malý výtěžek ve srovnání s množstvím xylózy, zaváděné do krystalizátoru). Tento výsledek je dán skutečností, že teplota klesla přibližně pod 48°C a při poklesu teploty došlo k podstatnému zvýšení viskozity a zpomalení rychlosti krystalizace.

Patent US 3 981 739 (Dmitrovsky a kol., Amstar Corporation) se týká způsobu kontinuální krystalizace cukrů (sacharóza, dextróza, fruktóza, laktóza, sacharidy). Tento způsob zahrnuje kontrolovaný růst krystalů ve dvoustupňové odpařovací krystalizaci, vycházející ze zárodečných krystalů, majících malou velikost. Krystaly v prvním stupni jsou podstatně větší než zárodečné krystaly a krystaly s rostoucí velikostí se produkují v druhém stupni.

Patent US 4 199 373 (Dwivedi a kol.; Chemicassa GmbH) se týká způsobu výroby volně tekoucích směsí fruktózy a glukózy, který již netrpí nedostatky dřívějších procesů (tj. například potřeba sofistikovaného strojního zařízení a přísné kontroly, vysoká cena energie a nízký výtěžek). Tento způsob představuje v podstatě silidifikační metodu, která v podstatě nezahrnuje separaci krystalů a matečného louhu. Vysoce koncentrovaný roztok se naočkoval a umožnilo se mu existovat (což umožňuje průběh krystalizaci) při specifické teplotě a relativní vlhkosti. Posléze se izoloval, sušil a mlel. Získaly se příliš nízké koncentrace v pastové hmotě a příliš vysoké koncentrace ve sklovité hmotě. Je podstatné, že obklopující vzduch má relativní vlhkost nižší než 50 % a že se teplota pohybuje v rozmezí od 10 do 32°C.

Další, zcela solidifikační, procesy jsou popsány například v patentu US 4 297 146 (Mise a kol.); CPC International Inc.), 4 595 418 (Zoshino; Sanwa Kosan Kabushiki Kaisha) a 4 640 717 (Shukla a kol.; Tate & Lyle Public Limited Company).

Patent US 4 634 472 (Niekamp a kol.; A.E. Staley Manufacturing Company) poskytuje způsob výroby sirupu, obohaceného fruktózou. U tohoto postupu je teplota zaváděného sirupu (75 až 89 % koncentrace suché, pevné látky) určena jako teplota vhodná pro krystalizaci glukózy. V daném oboru je dobře známo, že dosáhnout snadné krystalizace glukózy, i při nízké čistotě, je často problémem, jako například v případě medu (typická koncentrace pevného podílu 81 až 85 %, přičemž přibližně 40 % tvoří glukóza a přibližně 30 % tvoří fruktróza). Je rovněž známo (Harold E. Horn, „Dextrose: An Alternative to Sucrose in Panned Confections“, The Manufacturing Confectioner for 1977), že krystalizace glukózy zvýšenou měrou inhibuje při viskozitě 10 000 až 100 000 (10 až 100 Pas). Vypočteno z příkladu 1 patentu US 4 634 472, krystalizační viskozita je pouze 2000 cP, což reprezentuje roztok s velmi nízkou viskozitou. Při provádění způsobu, popsaného v patentu US 4 634 472 (odstavec 5, řádek 20 až 25), nelze použít jako rozpouštědlo vodu, protože by rozpouštěla vzniklé krystaly.

Patent US 4 816 079 (Ahrens a kol., Fried Krupp GmbH) se týká způsobu kontinuální krystalizace monohydrátu dextrózy. Tento způsob je v podstatě tradiční chladicí krystalizační metodou, založenou na

růstu krystalů. Část zaváděného sirupu se podrobí po dobu 0,01 až 2 sekund namáhání ve smyku za účelem iniciování nukleace, a tedy produkce, zárodečných krystalů pro daný proces.

Z výše uvedeného výčtu dosavadního stavu techniky vyplývá, že zde existuje poptávka po ekonomickém a účinném způsobu, který by umožnil izolovat krystalický produkt z roztoku obsahujícího tento produkt, zejména zdroje, který obsahuje nižší koncentrace krystalizovatelného produktu, než koncentrace, které by bylo možno za srovnatelných podmínek přímo zpracovat.

Podstata vynálezu

Jak již bylo uvedeno, základním cílem vynálezu je tedy dosáhnout zlepšení, týkajících se celkového výtěžku izolovaných krystalizovatelných organických sloučenin z roztoků, obsahujících tyto sloučeniny.

Dalším cílem vynálezu je ekonomické použití materiálových proudů, znečištěných krystalizovatelnými sloučeninami, v těchto procesech.

Ještě dalším cílem vynálezu je použití odtoku nebo recyklovaného proudu z průmyslových procesů, obsahujících krystalizovatelné organické sloučeniny, jako zdroje pro účinnou izolaci těchto sloučenin v dobrém výtěžku.

Nyní se zjistilo, že krystalizovatelné organické sloučeniny, které tvoří roztoky, mající vysokou viskozitu, lze z těchto roztoků izolovat krystalizací,

pokud je hodnota přesycení dostatečně vysoká a pokud se krystalizace provádí v podstatě způsobem nukleace (tj. způsobem, kdy není růst krystalů příliš podstatným pro daný proces). Sloučeniny lze tedy krystalizovat i ze značně znečištěných roztoků, ze kterých by dříve nebylo možné tyto sloučeniny krystalizovat. Jak uvádí popisná část a přiložené nároky, jako vysoká viskozita bývá označována viskozita, při které se růst krystalů podstatným způsobem zpomalí. Přesněji řečeno, v předloženém vynálezu, se vysokou viskozitou rozumí viskozita, pohybující se v rozmezí přibližně od 10^5 cP do 10^6 cP (100 až 1000 Pas).

Vynález tedy nabízí způsob izolace krystalizovatelné organické sloučeniny z roztoků, obsahujících uvedenou sloučeninu, přičemž tento způsob je charakteristický tím, že se zmíněná sloučenina krystalizuje v podstatě pouze nukleací z roztoku, majícího vysokou viskozitu a vysokou přesycenost, pokud jde o sloučeninu, která se má izolovat, a izolací vzniklých krystalů.

Krystalizace, podle vynálezu, se výhodně provádí za metastabilní zónou, tj. při použití terminologie zavedené Mathlouthiem M. a Reiserem P., autory publikace *Sucrose, Properties and Application for instance*, v nukleační zóně, což by podle uvedené publikace mělo například vyloučit krystalizaci sacharózy.

U způsobu podle vynálezu je nukleace podpořena účinným mícháním, které umožňuje spontánní průběh nukleace. Míchání je efektivní tehdy, pokud je tak

intenzivní, aby vysoká viskozita umožnila dosažení účinného kontinuálního vnitřního míchání částí krystalizační směsi a přemísťování této hmoty do oblastí s vyšším třením, ve kterých probíhá nukleace přednostně a ven z těchto oblastí a maximalizovala tak krystalizaci v celé hmotě. U tohoto způsobu je solidifikace krystalizační hmoty vyloučena a jádra jsou schopna vyvinout krystalový tvar a růst až do okamžiku, kdy se růst krystalu zablokuje, díky čemuž lze dosáhnout nejvyšších výtěžků. Za účelem indukování nukleace, lze rovněž do přesyceného roztoku přidat krystalizační jádra. Konečná velikost krystalu se zpravidla omezila přibližně na 10 až 120 μm . Zlepšení, týkající se izolace krystalizovatelné sloučeniny, kterého lze dosáhnout způsobem podle vynálezu je v podstatě založeno na nukleačním mechanismu ve velmi viskózních roztocích za kontinuálního vnitřního promíchávání, které maximalizuje celkový krystalizační výtěžek.

Po zahájení nukleace vysoká viskozita matečného louhu získané suspenze (tj. krystalizační hmota) v podstatě zabrání růstu krystalů a vyčerpání přesyceného stavu, ale díky účinnému míchání ještě stále pokračuje nukleace. V průběhu první periody nukleačního procesu podle vynálezu se suspenze ochladí za účelem dosažení a udržení vysoké přesycenosti matečného louhu. Potom se teplota krystalizační hmoty a koncentrace všech pevných látek v podstatě nemění. Přesycenost matečného louhu se udržuje vysoko v průběhu celé krystalizační fáze, tj. systém se kontinuálně udržoval v podstatě nad metastabilním rozmezím.

V popisu přihlášky vynálezu a v přiložených patentových nárocích se přesyceností roztoku rozumí jeho zdánlivá přesycenost, týkající se organické sloučeniny, která se má izolovat, tj. bezrozměrný poměr měřeného obsahu a rozpustnosti uvedené sloučeniny, který se vypočte pomocí následující rovnice:

$$s = \frac{\text{obsah sloučeniny ve vzorkovém roztoku}}{\text{rozpustnost sloučeniny při teplotě vzorkového roztoku}},$$

ve které s znamená přesycenost a jednotkou měření pro obsah rozpustnosti sloučeniny je g čisté sloučeniny/100 g rozpouštědla. Rovněž výrazy „přesycený“ a „přesycenost“ jednotlivě označují nasycenost roztoku, týkající se sloučeniny, která se má izolovat. Čistotou látky se rozumí její procentické zastoupení v suché látce.

Vysokou přesyceností se rozumí přesycenost, při které je nukleační proces dominantní a krystalizační růst inhibován. V rámci vynálezu se roztok považuje za vysoce přesycený zpravidla v případě, kdy se s pohybuje v rozmezí od 1,4 do 4.

Z dosavadního stavu techniky je známo, že pro nukleaci je potřebná relativně vysoká přesycenost a ta se při nízké viskozitě nejúčinněji udržuje zavedením intenzivního míchání. V případě nukleace jako takové je výhodné, pokud provozní podmínky představuje relativně nízká viskozita a intenzivní míchání. V rozporu s tím lze při použití způsobu podle vynálezu i při použití vysoké viskozity dosáhnout vynikající izolace krystalizovatelné sloučeniny.

Další problémy, které podle známého stavu techniky představují překážku pro průmyslovou aplikovatelnost krystalizace založené primárně na nukleačním procesu, jsou problémy související se separací produktu tvořeného malými krystaly z matečného louhu při vysoké viskozitě krystalizační hmoty. Silná nukleace (spontánní tvorba krystalů) je proto označována jako porucha v tradičních krystalizačních procesech. V souladu s dalším aspektem vynálezu lze produkty nukleace, tvořené malými krystaly z krystalizační hmoty, izolovat, pokud se bezprostředně před izolací krystalů nebo současně s izolací krystalů sníží viskozita krystalizační hmoty. Viskozitu lze snížit například ohřátím krystalové hmoty a/nebo jejím naředěním buď roztokem tvořícím počáteční materiál, nebo rozpouštědlem, obsaženým v tomto materiálu. Rovněž je možné přidání dalšího rozpouštědla, ve kterém nejsou zmíněné krystaly v podstatě rozpustné; například při izolaci sacharózy by bylo možné jako rozpouštědlo použít glycerol.

Specifickým provedením vynálezu je izolace filtrací frakce, tvořené malými krystaly získanými nukleací.

U typických krystalizačních procesů, známých z dosavadního stavu techniky, se podstatné množství produktu ztrácí v matečném louhu. Izolovaný materiál lze dále rafinovat tradičními krystalizačními procesy. Typickým zlepšením, kterého bylo dosaženo způsobem podle vynálezu, je zlepšení výtěžku o 5 až 30 % nebo i vyšším, v porovnání s dosavadními známými způsoby. To znamená, že způsobem podle vynálezu, lze při izolaci z

vodných roztoků, u kterých je tradiční krystalizace neúčinná, dosáhnout celkového výtěžku až 80 %.

Způsob podle vynálezu je vhodný zejména pro izolaci sacharidů, výhodně těch, které snadno krystalizují, například aldóz a alditolů, například cukrů a cukrových alkoholů a hydroxykyselin, aminokyselin a betainu z jejich vodných roztoků. Výrazem „vodný roztok“, jak je zde použit, se rozumí médium, ve kterém se krystalizovatelná sloučenina nejprve rozpustila, čímž poskytla jedinou homogenní, kontinuální fázi, obsahující dostatečnou koncentraci krystalizovatelných sloučenin, takže pokud se roztok zahustí a dosáhne svého přesyceného stavu, dojde snadno ke spontánní nukleaci. Je zřejmé, že vodný roztok může obsahovat další mísitelné látky, buď jako příměsi v zaváděném materiálu, nebo jako přísady, které usnadní další zpracování.

Vzhledem k tomu, že tento způsob je schopen izolovat zmíněné sloučeniny i ze značně znečištěných roztoků, je vhodný pro izolaci organických sloučenin z vodných roztoků odvozených z biomasy. Mezi tyto roztoky lze zahrnout melasu a výpalky, hydrolyzáty biomasy nebo její části nebo koncentráty získané z biomasy, například vařené louhy v celulóзовém průmyslu. Tyto vodné roztoky rovněž zahrnují odtoky (matečné louhy z nichž se separovaly krystaly), získané v současně používaných průmyslových krystalizačních procesech, ve kterých je čistota sloučeniny, která má být izolována, v surovém roztoku srovnatelně vysoká a příměsi odcházejí v odtoku. Kromě toho je tato metoda vhodná pro izolaci produktů připravených fermentací, například

glukonátů, glutamátů a kyseliny mléčné, z uvedených fermentačních roztoků.

Způsob podle vynálezu je vhodný například pro izolaci následujících sloučenin: xylózy, mannózy, xylitonu, mannitolu, laktózy, laktitolu, sacharózy, glukózy, fruktózy, maltózy, isomaltózy, isomaltulózy, laktulózy, α -D-glukopyranocylcycl(1 $\rightarrow$ 6)mannitolu, α -D-glukopyranocyl-(1 $\rightarrow$ 6)sorbitolu, β -cyklodextrinu, kyseliny itakonové, kyseliny citrónové, betainu, inositolu, 1,4-anhydroglucitolu.

Způsob podle vynálezu je výhodný zejména v případech, ve kterých se izolují krystalizovatelné látky z roztoků známými způsoby krystalizace v rozsahu, který je technicky možný nebo ekonomicky přijatelný. Jinými slovy, je tento způsob zvláště výhodný při izolaci krystalizovatelné látky z roztoků, majících nízkou čistotu této látky.

Roztok, z něhož se organická sloučenina izoluje způsobem podle vynálezu, se nejprve uvede do stavu přesycení, dostatečného pro produkování nukleace. Toho se zpravidla dosáhne zahuštěním a/nebo ochlazením. Výhodnou zahušťovací metodou je odpařování za sníženého tlaku. Roztok lze zahustit například tak, že obsah sušiny bude tvořit 75 až 89 hm. %; přičemž obsah sušiny bude výhodně záviset na roztoku, který má být například ošetřen 82 až 95 hm. %. Stupeň přesycení se maximalizuje za podmínek, dosažitelných v omezeném rozmezí viskozit, použitelných pro zpracování.

K získání krystalů z přesyceného roztoku se nejčastěji používá ochlazení, přičemž kvalita a krystalizační vlastnosti roztoku, který má být zpracován, jsou ovlivněny dobou a rychlostí chlazení. Při nukleačním kroku jsou v praxi rychlost chlazení přesyceného roztoku a aplikace pracovní energie použitá pro směšování vzájemně provázány tak, aby zabránily solidifikaci krystalizační hmoty, aby omezily růst krystalů za účelem poskytnutí krystalů, jejichž velikost není zpravidla větší, než například 10 až 100 μm , a aby podpořily další nukleace krystalizační hmoty. Příliš vysoké místní smykové namáhání při účinném vnitřním mísení může vést k solidifikaci krystalizační hmoty a mělo by se vyloučit. Při dané viskozitě a energetickém příkonu se distribuce velikostí krystalů reguluje rychlostí chlazení. Zdroje s vyšší čistotou mohou být chlazeny rychleji, zatímco zdroje s větším obsahem příměsí nebo přirozených inhibitorů mohou vyžadovat pomalejší ochlazování.

Před zahájením chlazení se do roztoku přidají jemně namleté zárodečné krystaly sloučeniny, která se má izolovat, nicméně krystalizaci lze rovněž iniciovat spontánním očkováním. Výraz „úplné očkování“, jak je zde použito, ve spojení s očkováním je v daném oboru obecně znám (viz „Beet-Sugar Technology“ 3. vydání, vydal R. A. McGinnis (1982) str. 371 až 481) a lze ho vypočítat z velikosti zárodečných krystalů, velikosti krystalů v požadovaném konečném produktu a výtěžku, za předpokladu, že se počet krystalů nemění.

Roztok, uvedený do stavu přesycení potřebného pro nukleaci a suspenze, tvořený tímto roztokem a krystaly,

obsaženými v tomto roztoku bude v následujícím popisu označován rovněž jako krystalizační hmota.

Způsob podle vynálezu je výhodný zejména pro izolaci xylózy z roztoků, majících velmi nízký obsah xylózy, vztaženo k sušině, tj. přibližně 30 až 50 hm. %, vztaženo k rozpuštěné sušině, a na tomto příkladu je i popsán. V tomto případě mohou být separační procesy, které jsou součástí známých procesů, značně zredukovány nebo zcela eliminovány a rovněž lze eliminovat použití pomocných rozpouštědel, což činí tento způsob podstatně ekonomičtějším v porovnání se známými způsoby, přičemž xylózu lze izolovat ve formě krystalického produktu z xylózových roztoků, které je náročné čistit, například pomocí chromatografické separace, která proto v rámci známých způsobů neposkytuje takové obsahy xylózy, jaké jsou požadovány. Předmětem vynálezu je tedy způsob izolace xylózy z hydrolyzačních produktů biomasy, kterou mohou být rovněž vedlejší frakce, obsahující xylózu, získané ve dřevozpracujícím průmyslu, například sulfitový vařený louh nebo jeho část, nebo z něho získaný koncentrát, například koncentrát, připravený chromatograficky ze sulfitového, vařeného louhu nebo posthydrolyzát, popřípadě produkt, získaný jeho ultrafiltrací.

V případě, kdy je roztokem, který má být ošetřen, vodný roztok xylózy (čistota xylózy je přibližně 30 až 50 %), podle výhodného provedení vynálezu, je množství použitých zárodečných krystalů, které se mají použít, vysoké, alespoň desetkrát vyšší ve srovnání s úplným očkováním. Takže přesycenost během krystalizace je 1,4

až 3,0, výhodně 1,5 až 2,5. Získaná krystalová velikost (délka krystalů) je zpravidla 10 až 100 μm .

Výhodný způsob provádění krystalizace podle vynálezu na xylóze je ochlazení naočkované krystalizační hmoty při relativně vysoké rychlosti, v době kratší přibližně než 10 až 50 hodin, až do dosažení přesycení, potřebného pro nukleaci. Teplota krystalizační hmoty je zde zpravidla 20 až 50°C, v závislosti na obsahu sušiny krystalizační hmoty a viskozita krystalizační hmoty se pohybuje v rozmezí od 100 do 600 Pas.

Suspenze se míchala až do okamžiku, kdy se dosáhlo dostatečného stupně krystalizace (výtěžku, snížení čistoty xylózy v matečném louhu). Například lze použít krystalizační nádobu vybavenou 1,3 až 1,7 m dlouhými (od hřídele k vrcholu) míchacími lopatkami se zónami, ve kterých dochází k vysokému smykovému namáhání, přičemž rychlost otáčení bude nejprve 3 až 6 ot/min a během periody vysoké viskozity 0,5 až 3 ot/min. Vzájemný vztah mezi smykovými účinky a účinností vzájemného směšování se v průběhu reguluje tak, aby se zabránilo solidifikaci krystalizační hmoty a současně byla udržena nukleace. Příkon mixéru je zpravidla přibližně 100 W/m³ až 800 W/m³. Toto rozmezí umožňuje účinné míchání a tedy transport nukleovaného materiálu do vnitřní oblasti krystalizační hmoty. Srážecí perioda, trvající 1 až 4 dny nebo dokonce kratší dobu, může snížit (převést na krystalický produkt) koncentraci xylózy v matečném louhu přibližně na 20 % nebo méně.

Potom se přesycení krystalizační hmoty sníží zvýšením teploty a/nebo naředěním krystalizační hmoty vodou, nebo roztokem obsahujícím xylózu bez podstatnějšiho rozpuštění krystalů až do snížení viskozity krystalizační hmoty na hodnotu dostatečnou pro dosažení účinné separace zkrystalizované hmoty. Typická viskozita krystalizační hmoty po snížení viskozity se pohybuje v rozmezí od 5 do 100 Pas. Zmíněné krystaly lze separovat filtrací, dekantací, odstředováním, atd., výhodně filtrací. Takto separovaný matečný louh (tj. odtok) byl zredukován na velmi nízký obsah xylózy (16 %, vztaženo k sušině). Čistota xylózy v získané krystalické frakci činí zpravidla 60 až 90 %, vztaženo k sušině, přičemž tato hodnota závisí na čistotě xylózy v krystalizační hmotě, technice a výkonu použitého způsobu, přičemž uvedenou frakci lze čistit, pokud je to nezbytné, například běžnými krystalizačními technikami. Čistotu krystalové frakce, získané způsobem podle vynálezu, lze zvýšit nahrazením části matečného louhu rozpouštědlem nebo vzduchem.

Při použití známých způsobů není možné provést krystalizaci xylózy z roztoků, majících čistotu nižší, než přibližně 70 % bez toho, že by se tyto roztoky podrobily určitým čistícím ošetřením. Nový způsob, který byl nyní vyvinut, umožňuje provedení krystalizace z roztoků xylózy, obsahujících pouze přibližně 30 % xylózy, vztaženo k sušině.

Podle dalšího výhodného provedení vynálezu lze krystalizovat sacharózu z vodných roztoků sacharózy, například z melasy, získané v cukrovarnickém průmyslu. V tomto případě lze do surové melasy před jejím

zavedením do krystalizačního procesu přidat malé množství glycerolu (nebo některého dalšího organického rozpouštědla, které může být přítomno ve finální melase).

Takto získaný roztok se zahustí odpařováním za sníženého tlaku na obsah sušiny přibližně 90 až 95 g/100 g a krystalizační hmota, získaná přibližně při 80 až 90°C, se přemístí do krystalizátoru.

Krystalizační hmota se naočkovala při teplotě 70 až 90°C mletou sacharózou (střední velikost krystalů se pohybovala od 5 do 10 μm). Zárodečné krystaly se použily v množství, které dosahuje až stonásobku v porovnání s případem, kdy byl základem krystalizace růst krystalů. Množství zárodečných krystalů není příliš podstatné, protože mnoho nových krystalů vznikne v důsledku nukleace v průběhu účinného míchání.

Krystalizace se provádí v krystalizátoru přibližně 10 dní. Krystalizační hmota se ochladí v průběhu 2 až 3 dnů, přibližně na 50°C a při této teplotě se míchá dalších, přibližně sedm dní před přípravou na filtraci. Viskozita krystalizační hmoty je ve svém maximu nižší, než 800 Pas a společně s pokračujícím krystalizačním procesem se snižuje.

Před filtrací se viskozita krystalizační hmoty sníží zvýšením teploty o 5 až 15°C a/nebo případně přidáním glycerolu a/nebo vody v množství, dosahujícím přibližně až 10 hm. %. Velikost takto získaných

krystalů se zpravidla pohybuje v rozmezí od 10 do 50 μm .

Krystalická frakce se výhodně izoluje tlakovou filtrací. Účinný sacharózový výtěžek, získaný po filtraci v dále prováděných pokusech, představoval přibližně 30 % sacharózy, obsažené ve výchozí melase, ve které měla sacharóza čistotu 40 až 60%, vztaženo k obsahu sušiny. Výtěžek lze ještě zlepšit dalším optimalizováním provozních podmínek.

Filtrace izolovaného krystalického produktu může být běžně prováděna na tlakovém filtru, např. filtru Larox s 10 až 20 deskami, používajícím vláknité tkaniny se střední porézností, přičemž separování se provádělo při 0,2 až 1,6 MPa a během časové periody 0,5 až 1,0 hodiny.

Specifická provedení způsobu podle vynálezu budou detailněji ilustrována následujícími příklady, které však mají pouze ilustrativní charakter a nikterak neomezuji rozsah vynálezu, který je jednoznačně vymezen přiloženými patentovými nároky.

V některých příkladech se koncentrace krystalizovatelné sloučeniny zvýšila přidáním čisté sloučeniny s cílem demonstrovat aplikovatelnost vynálezu při různých čistotách.

Obsahy sušiny se stanovily pomocí Karl-Fischerovy titrační metody (DS) nebo pomocí refraktometrické metody (RDs).

Sacharidy se analyzovaly pomocí kapalinové chromatografie (HPLC), používající kolony, ve kterých se iontoměničová pryskyřice nachází ve formě Na^+ a Pb^{2+} , nebo společně s PEDLC (tj. HPLC, používající pulsní elektrochemický detektor). Barva se stanovila pomocí přizpůsobené ICUMSA metody [Sugar Analysis; Official and Tentative Methods Recommended by the International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis (ICUMSA), vyd. Schneider F., ICUMSA, Peterborough, England, 1979, str. 125 až 128] při pH 5 (příklad krystalizace xylózy) a při pH 7 (ostatní příklady) a prováděním měření z přefiltrovaného roztoku ($0,45 \mu\text{m}$) při 420 nm.

Příklady provedení vynálezu

Příklad 1

Krystalizace xylózy

150 l xylózové frakce, získané chromatografickou separací z hořečnatobazického sulfitového vařeného louhu, z bukového dřeva (prováděnou v podstatě v souladu s prvním krokem způsobu popsaným v patentu US 4 631 129), obsahující přibližně 105 kg sušiny a mající xylózovou čistotu 39,3 %, se zahustila odpařováním v podtlaku při teplotě přibližně 60°C na objem přibližně 80 l. Tato xylózová frakce se naočkovala při 58°C 25 g namleté xylózy, při hodnotě přesycení 2,24 a takto připravená krystalizační hmota se přemístila do 100 l krystalizátoru.

Krystalizační hmota se podrobila lineárnímu ochlazování z 58°C na přibližně 20°C za současného míchání (viskozita 190 Pas, měřeno pomocí Brookfieldova viskozimetru, typ RVDV-I+) v průběhu přibližně 25 hodin, během kterých se přesycenost roztoku snížila z počátečních 1,66 na 3,7 hodin, a následně se zvýšila na 1,93 (čas od naočkování 20,9 hod, teplota 30,7°C) a posléze opět postupně poklesla (při 20°C mělo přesycení hodnotu přibližně 1,70). Krystalizační hmota se dále míchala přibližně při 20°C. Pro separaci krystalové frakce od krystalizační hmoty se použil tlakový filtr Larox, typ PF 0,1 H2. V různých časových okamžicích se z krystalizační hmoty odebraly vzorky (á 20 až 200 g) a pokračovalo se v míchání zbývajících krystalizační směsí. Před filtrací krystalizační hmoty se za účelem snížení viskozity teplota této hmoty zvýšila na přibližně 30°C.

74,3 hodin od naočkování měla viskozita vzorku krystalizační hmoty při teplotě 30°C hodnotu 66 Pas. Tento vzorek krystalizační hmoty se přefiltroval za použití výše zmíněného tlakového filtru Larox, nejprve 15 minut za použití filtračního tlaku 1,3 MPa a následně pět minut za použití filtračního tlaku 1,45 MPa. Získaný krystalový koláč měl tloušťku přibližně 2,5 cm. Výtěžek sušiny v krystalické hmotě před filtrací byl 20,2 % a výtěžek xylózy činil 50,4 %. Analytické výsledky jsou shrnuty v níže uvedené tabulce 1. Termíny a zkratky uvedené v této tabulce mají následující význam:

Začátek = vzorek krystalizační hmoty před začátkem ochlazování

pH 5 % = pH určená ze vzorku neředěného vodou na
RDs 5 %

Kond. vodivost, určená ze vzorku neředěného na
RDs 5 %

Popel = obsah popela, vypočtený z vodivosti za
použití sacharózového koeficientu pro sulfátový popel

Filtr. = krystalizační hmota, dodávaná na filtr.

Prováděné testy ukazují, že xylenový výtěžek a čistota byly ovlivněny dobou míchání krystalizační hmoty v nukleační zóně (v tomto případě, v teplotním rozmezí přibližně od 20 do 30°C). Xylózová čistota přefiltrované krystalové frakce byla v nejlepším případě 83,8 % (dobu od naočkování byla 76,2 hod, viskozita krystalizační hmoty byla při 29,8°C 66 Pas; filtrace při 1,45 MPa trvala 5 minut), xylózová čistota filtrátu, tj. odtoku, byla 18,1 % (nejnižší hodnota) (dobu od naočkování 220 hod, viskozita krystalizační hmoty 59 Pas při 29,2°C; filtrace při 1,3 až 1,4 MPa trvala 15 minut). Výtěžek xylózy v krystalech krystalizační hmoty byl 63,2 % (nejvyšší hodnota) (dobu od naočkování 49,3 hod).

Příklad 2

Krystalizace xylózy

Pokud nebude uvedeno jinak, potom se použil podobný postup jako v příkladu 1. Roztok, obsahující xylózu, který se má zpracovat (20,5 g), se získal sloučením xylózové frakce, získané chromatografickou

separací z hořečnatobazického sulfitového vařeného louhu z bukového dřeva a vodného roztoku, získaného z předcházejících testů nukleační krystalizace. Tento roztok měl obsah sušiny 62,7% a xylózovou čistotu 53,0 %.

Tento roztok se odpařil na obsah sušiny 89,7 %. 13,4 kg získané krystalizační hmoty se převedlo do 10 l krystalizátoru, kde se naočkovalo při teplotě 65°C 5 g namleté xylózy (velikost krystalů 50 μm) při přesycení 1,96 a lineárně ochladil z 65°C do přibližně 20°C v průběhu přibližně 17 hodin. V průběhu této časové periody se přesycenost snížila na 1,71 a pokud se krystalizační hmota míchala v nukleační zóně, potom zůstala v rozmezí od 1,70 do 1,76 (při teplotním rozmezí od 20 do 22°C). Po uplynutí 21,5 hodiny od naočkování (viskozita 183 Pas při 22°C) se krystalizační hmota ohřála na 32°C a přefiltrovala za použití tlakového filtru (15 minut, filtrační tlak 1,35 MPa).

Výtěžek sušiny v krystalické hmotě před filtrací byl 38,1 % a výtěžek xylózy činil 72,1 %. Analytické výsledky jsou shrnuty v níže uvedené tabulce 2. Termíny a zkratky uvedené v této tabulce mají stejný význam jako v tabulce 1.

Příklad 3

Krystalizace betainu

Roztokem, který se měl ošetřit, byl odtok, získaný krystalizací betainu z betainové frakce,

chromatograficky separované u melasy (výše uvedený finský patent 77 845; mezinárodní patentová přihláška WO 81/02420). Obsah sušiny (DS) tohoto roztoku činil 63,4 g/100 g a jeho analytické výsledky jsou shrnuty v níže uvedené tabulce 3.

12,3 kg tohoto roztoku se zahustilo odpařováním za sníženého tlaku v rotační odparce při teplotě vyšší než 80°C do obsahu sušiny (DS) 90,2 g/100 g (analytické výsledky jsou shrnuty v tabulce 3). Program lineárního ochlazování takto získaného koncentrovaného roztoku se zahájil v 6 l krystalizátoru na teplotě 95°C, přičemž přesycení roztoku potom bylo 1,74. V průběhu celé krystalizace se krystalizační hmota intenzívně míchala. Po 6,2 hodinách měla teplota hodnotu 76,5°C, přesycení činilo 3,18 a krystalizace již neprobíhala. V tomto okamžiku se přidalo 0,6 g mletého monohydrátu betainu, čímž se iniciovala nukleace. V různých časových okamžicích se z krystalizační hmoty odebraly vzorky (á 20 až 200 g) a pokračovalo se v míchání zbývajících krystalizační směsí. V ochlazování se lineárně pokračovalo až přibližně na teplotu 30°C (čas od naočkování monohydrátem betainu 31,1 hod), přesycení následně činilo 2,43. Krystalizační hmota se míchala při této teplotě 3,8 hodin, načež se teplota v průběhu 0,8 hodin zvýšila na 35°C (viskozita byla následně 113 Pas) a dále v průběhu 0,9 hod na 37°C. V tomto okamžiku měla viskozita hodnotu 84 Pas a krystalová frakce se přefiltrovala za použití tlakového filtru Larox, zmíněného v příkladu 1, 30 minut za použití filtračního tlaku 1,4 až 1,5 MPa. Získaný krystalový koláč měl tloušťku přibližně 8 mm.

Analytické výsledky jsou shrnuty v níže uvedené tabulce 3. Termíny a zkratky, uvedené v této tabulce, mají stejný význam jako v předcházejících tabulkách s tou výjimkou, že barva se měřila při pH 7. Kromě toho výraz „roztok“, použitý v prvním sloupci, označuje surový materiálový roztok před odpařováním.

Výtěžek betainu v krystalické frakci představoval 37,7 % betainu obsaženého v původním roztoku a inositolový výtěžek v krystalové frakci představoval 55,5 % inositolu, obsaženého v tomto roztoku.

Prováděné testy ukázaly, že výtěžky betainu a inositolu a čistota byly ovlivněny dobou míchání krystalizační hmoty v nukleační zóně (v tomto případě v teplotním rozmezí přibližně od 20 do 30°C). Společná čistota betainu a inositolu v přefiltrované krystalové frakci byla v nejlepším případě 87,1 % (doba od naočkování byla 37 hod). Betainová čistota filtrátu, tj. odtoku, separovaného z krystalické hmoty, byla 7,0 % (doba od naočkování 31 hod).

Příklad 4

Krystalizace betainu

Roztokem, který se měl zpracovat, byl roztok z příkladu 3. 13,6 kg tohoto roztoku se v rotační odparce zahustilo odpařováním za sníženého tlaku při teplotě o něco nižší, než 80°C na obsah sušiny (DS) 97,6 g/100 g. V této situaci bylo naočkování spontánní, přičemž přesycení činilo 3,69. 7 kg krystalizační hmoty se přemístilo do 6 l krystalizátoru a ohřátého na 95°C. Do

této hmoty se posléze přidalo při teplotě přibližně 90°C 150 ml vody. Takto připravená krystalizační hmota se lineárně ochladila během 10 hodin intenzivním mícháním z 95°C na 70°C. Krystalizační hmota se míchala při této teplotě přibližně 9 hodin (přes noc), načež se ochladila v průběhu přibližně 5 hodin na konstantní teplotu 36°C, při které se míchala dalších přibližně 62 hodin. Viskozita krystalizační hmoty činila 15,6 Pas při 70°C, 55 Pas při 45°C a po 90 hodinovém míchání (měřeno od naočkování) viskozita činila při teplotě 36°C 347 Pas. Po uplynutí této doby se teplota krystalizační frakce při teplotě 45°C oddělila z krystalizační hmoty (viskozita 116 Pas, přesycenost 17,87) za použití tlakového filtru Larox, popsaného v příkladu 1, a za použití filtračního tlaku 1,45 MPa a 30 minutové doby filtrace. Tímto způsobem se získal dostatečně suchý krystalový koláč, který měl tloušťku 8 mm.

Analytické výsledky jsou shrnuty v níže uvedené tabulce 4, přičemž výrazy a zkratky v této tabulce odpovídají výrazům a zkratkám použitým v tabulce 3.

Výtěžek betainu v krystalové frakci představoval 47,0 % betainu, obsaženého v původním roztoku a inositolový výtěžek v krystalové frakci představoval 60,5 % inositolu obsaženého v tomto roztoku.

Společná čistota betainu a inositolu v přefiltrované krystalové frakci byla v nejlepším případě 77,3% (doba od naočkování byla 37 hod). Betainová čistota filtrátu, tj. odtoku, separovaného z

krystalické hmoty, byla 30,9 % a čistota inositolu byla 6,5 % (nejnižší hodnota).

Příklad 5

Krystalizace xylitolu

Roztokem, který se měl v tomto příkladu zpracovat, byl odtok, získaný z krystalizace xylitolu. Tento roztok se zahustil odpařováním na rotační odparce při tlaku 40 barů a teplotě 70°C na obsahu sušiny (RDs určeno čtením tabulek xylitolu) 93,8 g/100 g.

12,3 kg získané krystalizační hmoty se přemístilo do 10 l krystalizátoru, ohřátého na teplotu 50°C ($s = 1,5$), naočkovalo 10 g namletého xylitolu a v průběhu 10 hodin ochladilo na 25°C. Přibližně tři hodiny po tom, co se dosáhlo teploty 25°C, dosáhla viskozita krystalizační hmoty hodnoty 61,7 Pas ($s = 3,9$). Krystalizační hmota se míchala při této teplotě celkem 8 hodin, a po uplynutí této doby se teplota dále snížila (teplota chladící vody 15°C). Přibližně po třech hodinách měla krystalizační hmota teplotu 16°C ($s = 4,9$). Krystalizační hmota se míchala při této teplotě lázně dalších 18 hodin, načež viskozita dosáhla v okamžiku, kdy měla krystalizační hmota teplotu 18°C, 250 Pas ($s = 3,0$).

Potom se teplota krystalizační hmoty opět zvýšila v průběhu přibližně tří hodin na 25°C (viskozita byla následně 81,5 Pas ($s = 2,1$)) a dále v průběhu přibližně dvou hodin na 28°C.

V tomto okamžiku měla krystalizační hmota viskozitu 59,6 Pas ($s = 2,0$) a krystalová frakce se separovala z krystalizační hmoty filtrací přes tlakový filtr Larox, který se použil rovněž v předcházejících příkladech, přičemž doba filtrace byla 15 minut a filtrační tlak 1,2 MPa. Po vytvoření příslušného krystalického koláče se stlačení uvolnilo.

Analytické výsledky jsou shrnuty v níže uvedené tabulce 5, přičemž výrazy a zkratky, použité v této tabulce mají stejný význam jako v příkladu 3.

Výtěžek xylitonu v krystalické frakci činil 67 % xylitonu, obsaženého ve výchozím roztoku.

Příklad 6

Krystalizace sacharózy

Roztokem, který se měl v tomto příkladu ošetřit, byla melasa, získaná z továrny na řepný cukr. Roztok se zahustil odpařováním v rotační odparce na obsah sušiny (RDs určeno čtením tabulek sacharózy) 90,3 g/100 g.

14,5 g získané krystalizační hmoty se přemístilo do 10 l krystalizátoru, ohřátého na teplotu 62°C, naočkovalo se 10 g sacharózy a v průběhu 40 hodin ochladilo, za současného intenzivního míchání, na 40°C. Přibližně 25 hodin potom, co teplota dosáhla 40°C, měla krystalizační hmota viskozitu 550 Pas. V průběhu přibližně 5 hodin teplota dosáhla 53°C a viskozita potom činila 111 Pas. V tomto okamžiku se krystalová frakce separovala z krystalizační hmoty filtrací přes

tlakový filtr Larox, který se použil rovněž v předcházejících příkladech, přičemž doba filtrace byla 15 minut a filtrační tlak 1,2 MPa. Po vytvoření příslušného krystalického koláče se stlačení uvolnilo.

Analytické výsledky jsou shrnuty v níže uvedené tabulce 6, přičemž výrazy a zkratky, použité v této tabulce, mají stejný význam jako v příkladu 3.

Příklad 7

Krystalizace xylitonu

Výchozím materiálem v tomto příkladu byl odtok, získaný z předešlé krystalizace xylitolu. Tento odtok se filtroval přes laboratorní vakuový filtr. Čistota xylitolu, vztažená na obsah sušiny (RDs), v získaném roztoku se zvýšila na přibližně 46 % přidáním čistého, krystalického xylitolu. Roztok se zahustil v průběhu 6 hodin odpařováním pomocí laboratorní vakuové odparky, při teplotě lázně 60 až 70°C, na obsah sušiny (RDs) 94,1 g/100 g.

13,58 kg (objem 10 l) tímto způsobem získané krystalizační hmoty se přemístilo do 10 l krystalizátoru s teplotou lázně 50°C a míchalo dvacet minut. V tomto okamžiku měla krystalizační hmota teplotu 51°C a přesycenost činila 1,7. Krystalizační hmota se následně naočkovala 10 g mletého xylitonu a podrobila lineárnímu ochlazování z 50°C na 23°C (teplota chladicí vody), přičemž toto ochlazování trvalo 15 hodin. Na konci ochlazování měla

krystalizační hmota teplotu 24°C , viskozitu 110 Pas a přesycenost 3,2.

Krystalizační hmota se dále míchala při této teplotě přibližně další dvě hodiny, načež se v průběhu přibližně 3 hodin snížila na 20°C (viskozita činila následně 200 Pas; přesycenost 3,5) a v průběhu dalších tří hodin na 16°C . Krystalizační hmota měla potom viskozitu přibližně 345 Pas. V míchání krystalizační hmoty přibližně při této teplotě (chladicí voda při konstantní teplotě 15°C) se pokračovalo dalších 42 hodin. Vzorek měl po 17 hodinách míchání, při této teplotě, viskozitu 400 Pas a přesycenost 4,0. Na konci tohoto míchání byla viskozita krystalizační hmoty 407 Pas.

Potom se teplota krystalizační hmoty v průběhu půl hodiny zvýšila na 20°C (viskozita činila potom 256 Pas) a během dalších tří hodin se ohřála na 23°C . V tomto okamžiku měla krystalizační hmota viskozitu 198 Pas. V tomto okamžiku se odebral vzorek krystalizační hmoty a z něho se separoval, za použití laboratorní odstředivky, vzorek odtoku.

Krystalizační hmota se následně vyjmula z krystalizátoru a přidalo se do ní 5 hm. % vody, vztaženo k hmotnosti krystalizační hmoty, čímž se snížila viskozita a krystalová frakce se separovala filtrací přes tlakový filtr Larox, který se použil rovněž v předcházejících příkladech, přičemž doba filtrace byla 30 minut a filtrační tlak 1,2 MPa. Po vytvoření příslušného krystalického koláče se stlačení uvolnilo.

Analytické výsledky jsou shrnuty v níže uvedení tabulce 7, přičemž výrazy a zkratky, použité v této tabulce, mají stejný význam jako v příkladu 5.

Výtěžek xylitonu v krystalickém koláči v průběhu filtrace přes filtr Larox činil 57 % xylitonu, obsaženého ve výchozím roztoku.

Příklad 8

Krystalizace xylitolu

V tomto příkladu se použil stejný výchozí materiál jako v příkladu 7. Čistota xylitolu v přefiltrovaném roztoku se zvýšila přidáním čistého krystalického xylitolu přibližně na 47 %. Roztok se zahustil odpařováním na rotační odparce při teplotě lázně 70°C do obsahu sušiny (RDs) 94,4 g/100 g.

13,52 kg tímto způsobem získané krystalizační hmoty se přemístilo do 10 l krystalizátoru. Stejně jako v příkladu 7, se krystalizační hmota účinně míchala během celé procedury. Krystalizační hmota se naočkovala při teplotě 56°C ($s = 1,4$) s 10 g mletého xylitolu a podrobila lineárnímu chlazení. Přibližně během 26 hodin dosáhla krystalizační hmota teploty 20,5°C. Krystalizační hmota se míchala při této teplotě dalších 42 hodin a po uplynutí této doby činila přesycenost 3,6. Viskozita krystalizační hmoty na konci tohoto míchání dosahovala 280 Pas.

Potom se teplota krystalizační hmoty, v průběhu přibližně dvou hodin, zvýšila na 25°C (viskozita činila

potom 176 Pas; $s = 3,1$) a v míchání, při této teplotě, se pokračovalo další hodinu. V tomto okamžiku se odebral vzorek krystalizační hmoty a z něho se separoval, za použití laboratorní odstředivky, vzorek odtoku.

Část krystalizační hmoty se následně vyjmula z krystalizátoru a přidalo se do ní 5 hm. % vody, vztaženo k hmotnosti krystalizační hmoty, čímž se dosáhlo snížení viskozity, která po přidání vody dosahovala 28 Pas. Krystalická frakce se z této části separovala pomocí tlakového filtru Larox, použitého rovněž v předešlých příkladech, přičemž filtrace trvala 1 hodinu a 15 minut a prováděla se při tlaku 1,6 MPa.

Do zbytku krystalizační hmoty se přidalo 5 hm. % ethanolu, vztaženo k celkové hmotnosti krystalizační hmoty, která se míchala půl hodiny při teplotě 25°C. Krystalizační hmota se následně vyjmula z krystalizátoru a přefiltrovala stejným způsobem, jako v případě první části krystalizační hmoty.

Analytické výsledky jsou shrnuty v níže uvedené tabulce 8, přičemž výrazy a zkratky použité v této tabulce jsou shodné s výrazy a zkratkami použitými v příkladu 5. Filtrace I označuje filtraci na filtru Larox s přidáním vody a filtrace II označuje filtraci na filtru Larox s přidáním ethanolu.

Výtěžek xylitolu v krystalickém koláči získaném z první filtrace (s přidáním vody) činil 68 % a výtěžek xylitolu z druhé filtrace (s přidáním ethanolu) 74 % xylitolu, obsaženého ve výchozím roztoku.

Příklad 9

Krystalizace sacharózy

Surovým materiálem, který měl být v tomto příkladu zpracován, byla melasa, získaná z továrny pro zpracování řepného cukru. Melasa se filtrovala a filtrát se zahustil odpařováním za sníženého tlaku na obsah sušiny Bx 93,0.

100 l získané krystalizační hmoty se přemístilo do 100 l krystalizátoru, naočkovalo se 100 g mleté sacharózy při teplotě 78,5°C a ochladilo v průběhu 60 hodin, za současného účinného míchání, na 50°C. Viskozita krystalizační hmoty dosahovala následně přibližně 800 Pas a v míchání se pokračovalo při v podstatě nezměněné teplotě. Přibližně 170 hodin po dosažení teploty 50°C měla krystalizační směs viskozitu přibližně 670 Pas. Po 172 hodinách, při přibližně 50°C, se teplota krystalizační hmoty v průběhu pěti hodin zvýšila přibližně na 60°C a po uplynutí přibližně 24 hodin, při této teplotě, měla krystalizační hmota viskozitu přibližně 280 Pas. Přibližně 60 hodin po dosažení teploty 60°C dosahovala viskozita krystalizační hmoty 241 Pas.

Hodnota viskozity se dále snížila přidáním vody (2 hm.%) a krystalová frakce se separovala filtrací přes tlakový filtr Larox, který se použil rovněž v předcházejících příkladech, přičemž doba filtrace byla 60 minut a filtrační tlak 1,6 MPa. Teplota Laroxové náplně (filtr.) se bezprostředně před filtrací zvýšila na 69°C.

Analytické výsledky jsou shrnuty v níže uvedení tabulce 9, přičemž výrazy a zkratky, použité v této tabulce, mají stejný význam jako v předešlých příkladech, není-li stanoveno jinak.

Příklad 10

Krystalizace sacharózy

Surovým materiálem, který se měl v tomto příkladu zpracovat, byla stejná melasa jako v příkladu 9 a rovněž se nejprve ošetřila stejným způsobem jako v příkladu 9 s tou výjimkou, že se do přefiltrovaného roztoku před zahuštěním odpařováním přidala určitá frakce glycerolu. Jako glycerolová frakce se použila frakce, získaná z chromatografické separace výpalků, přičemž přidané množství glycerolu činilo 10 % sušiny, obsažené v přefiltrovaném roztoku.

100 l krystalizátor se naplnil tímto způsobem připravenou krystalizační hmotou (Bx 92,0) a tato krystalizační hmota se naočkovala při teplotě 76°C 100 g mleté sacharózy. Krystalizační hmota se ochladila v průběhu 60 hodin, za současného intenzivního míchání, přibližně na 50°C. Viskozita krystalizační hmoty dosahovala potom přibližně 210 Pas a v míchání směsi, při této teplotě, se pokračovalo dalších 11 hodin. Potom se teplota směsi snížila na 46,5°C, takže se viskozita nejprve zvýšila přibližně na 280 Pas a posléze se v průběhu 145 hodin, při této teplotě, postupně snížila na přibližně 220 Pas.

Teplota se posléze postupně zvýšila na 53°C (viskozita 120 Pas) a přibližně po 30 hodinách, při této teplotě, se separovala pomocí tlakového filtru Larox krystalová frakce, přičemž filtrace trvala 65 minut a použil se filtrační tlak 1,62 MPa.

Analytické výsledky jsou shrnuty v níže uvedené tabulce 10, přičemž výrazy a zkratky, použité v této tabulce, mají stejný význam jako v předcházejících příkladech.

Výtěžek sacharózy v krystalickém koláči v průběhu filtrace činil 35 % sacharózy v původním, zavedeném sirupu.

Příklad 11

Krystalizace sacharózy

Surovým materiálem, který se měl v tomto příkladu zpracovat, byla melasa, získaná z továrny na zpracování třtinového cukru. Melasa se zahustila odpařením, za sníženého tlaku, do obsahu sušiny DS 88,1 (určeno pomocí Karl-Fisherovy metody).

12,3 kg takto získané krystalizační hmoty se umístilo do 10 l krystalizátoru, naočkovalo se 10 g mleté sacharózy přibližně při 75°C a v průběhu 60 hodin ochladilo, za současného účinného míchání, na 50°C. Viskozita krystalizační hmoty potom dosahovala přibližně 860 Pas a v míchání se pokračovalo při v podstatě nezměněné teplotě. Jedenáct dní po dosažení teploty 50°C měla krystalizační hmota viskozitu

přibližně 800 Pas a v tomto okamžiku se z krystalizační hmoty, pomocí laboratorní odstředivky, izoloval první vzorek odtoku a do zmíněné hmoty se vmíchalo 50 ml vody, za účelem snížení viskozity této hmoty.

Čtyři dny po přidání vody měla krystalizační směs viskozitu přibližně 510 Pas a teplotu 50°C a v tomto okamžiku se separoval, pomocí laboratorní odstředivky, druhý odtokový vzorek. Do zbývající směsi se vmísilo dalších 200 ml vody, čímž se opět snížila viskozita.

Čtyři dny po přidání 200 ml vody se viskozita směsi ještě dále snížila zvýšením teploty krystalizační hmoty přibližně na 60°C, které se realizovalo v průběhu pěti hodin. Po uplynutí přibližně jedné hodiny, při této teplotě, dosahovala viskozita krystalizační hmoty přibližně 75 Pas a pomocí tlakového filtru Larox se izolovala krystalová frakce, přičemž filtrace trvala 60 minut při filtračním tlaku 1,6 MPa. Filtrační rychlost byla pomalá. Jako filtrační tkanina se použil produkt Tamfelt 71-2209-L1 s velikostí pórů přibližně 17 mikrometrů.

Analytické výsledky jsou shrnuty v níže uvedené tabulce 11, přičemž všechny výrazy a zkratky mají, není-li stanoveno jinak, stejný význam jako v předešlých příkladech.

Příklad 12

Krystalizace sacharózy

Surovým materiálem, který by se měl zpracovat v tomto příkladu, je stejná melasa jako v příkladu 11, s výjimkou toho, že se do výchozího materiálu přidalo před odpařováním určité množství sacharózy, za účelem zvýšení čistoty sirupu na přibližně 58%/DS. Sirup se zahustil odpařováním za sníženého tlaku do obsahu sušiny DS 89,7.

8,4 kg získané krystalizační hmoty se přemístilo do 6 l krystalizátoru, naočkovalo se 8 g mleté sacharózy přibližně při 75°C a ochladilo v průběhu přibližně 60 hodin, za současného účinného míchání, na 50°C. Viskozita krystalizační hmoty dosahovala potom přibližně 900 Pas a do této hmoty se vmísilo 60 ml vody, čímž se dosáhlo snížení viskozity hmoty, a v míchání se pokračovalo při nezměněné teplotě. Osm dnů potom, co teplota dosáhla 50°C, dosahovala viskozita krystalizační hmoty přibližně 720 Pas, a v tomto okamžiku se z krystalizační hmoty, pomocí laboratorní odstředivky, separoval první vzorek odtoku a do zbývajících směsi se přimísilo 20 ml vody.

Čtyři dny po přidání vody měla krystalizační hmota viskozitu přibližně 610 Pas a teplotu 50°C a do hmoty se dále vmísil 1 kg 63 % roztoku glycerolu ve vodě, za účelem snížení viskozity hmoty.

Pět dní po přidání glycerolu dosahovala viskozita krystalizační hmoty 17 Pas a teplota 50°C. Po jednodenním směšování, při této teplotě, se pomocí

tlakového filtru Larox separovala krystalová frakce, přičemž filtrace trvala 60 minut a jako filtrační tlak se použil tlak 1,6 MPa. Filtrační plátno bylo stejné jako v příkladu 11.

Analytické výsledky jsou shrnuty v níže uvedené tabulce 12, přičemž výrazy a zkratky použité v této tabulce mají, není-li stanoveno jinak, stejný význam jako v předešlých příkladech.

Výtěžek sacharózy v krystalizačním koláči v průběhu filtrace představoval přibližně 45 % sacharózy zaváděného sirupu.

Výtěžky sušiny (vyjádřené v hm./hm. %), uvedené ve výše zmíněných příkladech, se vypočetly za použití následujícího vztahu :

$$\text{Výtěžek suroviny} = \left(\frac{\text{výtěžek krystalizovatelné sloučeniny}}{\text{výtěžek krystalizovatelné sloučeniny}} \right) \times \left(\frac{Q_{\text{hmota}}}{Q_{\text{krystal}}} \right) ,$$

ve kterém Q_{hmota} znamená čistotu krystalizační hmoty a Q_{krystal} znamená čistotu krystalizačního koláče.

Výtěžky, získané v příkladech 1 až 12, stejně jako zaváděcí čistota v každém koláči, tj. koncentrace sloučeniny, která se má izolovat v přiváděném materiálu, vztažená k hmotnosti sušiny, jsou shrnuty v níže uvedené tabulce 13.

Celkové výtěžky (tj. skutečné) filtrace, uvedené v tabulce 13, jsou vypočteny z krystalizační hmoty, a čistot filtračního odtoku a krystalizačního koláče pomocí následujícího vztahu:

$$\text{Celkový výtěžek filtrace} = \left(\frac{Q_{\text{hmota}} - Q_{\text{odtok}}}{Q_{\text{krystal}} - Q_{\text{odtok}}} \right) \times \left(\frac{Q_{\text{krystal}}}{Q_{\text{hmota}}} \right) \times 100\%$$

ve kterém Q_{hmota} a Q_{krystal} mají výše definovaný význam a Q_{odtok} znamená čistotu filtračního odtoku.

Výtěžek xylózy z příkladu 1 se například vypočte při použití dat z tabulky 1 následujícím způsobem:

$$\text{Výtěžek xylózy} = \frac{40,1 - 22,4}{74,5 - 22,4} \times \frac{74,5}{40,1} \times 100\% = 63,1\%$$

Efektivní výtěžky filtrace se vypočetly se 100% čistotou krystalového koláče. Tyto výtěžky ukazují, jak čistou sloučeninu lze rafinovat z krystalického koláče s nízkou čistotou.

Tabulka 1

Analýza krystalizace xylózy

	Počátek	Filtr.	Krystalový koláč	Odtok
Obsah sloučeniny (DS), g/100 g	89,2	88,0	93,3	79,2
pH (roztok 30 - 50 %)	2,5	2,6	2,6	2,6
pH 5 %	2,9	2,9	3,0	3,0
Kond. (z roztoku majícího 5 % sušiny), mS/cm	2,22	2,20	1,16	2,64
Popel, %	3,99	3,96	2,08	4,39
Barva, ICUMSA	14000	15000	6800	19600
Obsah sacharidu, % vztaženo k sušině (DS)				
glukóza	2,7	2,6	1,8	3,2
xylóza	40,1	40,5	74,5	22,4
galakt. + rhamn.	3,7	3,8	1,8	4,6
arabinóza	0	0	0	0
mannóza	3,6	0,7	0,3	4,5

Tabulka 2

Analýza krystalizace xylózy

	Počátek	Filtr.	Krystalový koláč	Odtok
Obsah sloučeniny (DS), g/100 g	89,7	89,9	94,8	83,7
pH 5 %	3,1	3,1	3,2	3,0
Kond. (z roztoku majícího 5 % sušiny), mS/cm	2,22	2,22	1,23	3,02
Popel, %	4,00	4,00	2,22	5,44
Barva, ICUMSA	13000	13400	700	20000
Obsah sacharidu, % vztaženo k sušině (DS)				
glukóza	2,2	2,3	1,2	3,1
xylóza	52,5	52,8	78,0	29,2
galakt. + rhamn.	3,2	3,2	1,5	4,3
arabinóza	0	0	0	0
mannóza	2,6	2,6	1,23	3,8

Tabulka 3

Analýza krystalizace betainu

	Roztok	Počátek	Filtr.	Krystalový koláč	Odtok
Obsah sloučeniny (DS), g/100 g	63,4	90,2	91,9	91,1	89,8
pH (roztok 30 - 50 %)	9,9	10,0	10,0	10,0	10,0
pH 5 %	9,8	9,8	9,8	9,6	9,7
Kond. (z roztoku májícího 5 % sušiny), mS/cm	2,50	2,49	2,49	1,00	3,00
Popel, %	4,50	4,48	4,48	1,81	5,40
Barva, ICUMSA	127500	139400	132500	42400	165000
Obsah sacharidu, % vztaženo k sušině (DS)	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0
rafinóza	1,8	1,8	1,8	0,7	2,2
sacharóza	0,5	0,7	0,7	0,0	0,4
ostatní disacharidy	5,4	5,5	5,6	1,7	6,6
glukóza	7,9	7,9	8,3	2,7	9,7
fruktóza	11,1	11,2	11,2	21,6	7,0
inositol	8,1	8,3	8,8	3,5	9,7
glycerol	46,8	47,4	47,3	65,5	40,5
betain					

Tabulka 4

Analýza krystalizace betainu

	Počátek	Filtr.	Krystalový koláč	Odtok
Obsah sloučeniny (DS), g/100 g	97,6	95,5	96,9	93,6
pH 5 %	9,9	9,9	9,7	9,9
Kond. (z roztoku majícího 5 % sušiny), mS/cm	2,50	2,54	1,32	3,34
Popel, %	4,50	4,57	2,38	6,01
Barva, ICUMSA	130000	135000	30900	183000
Obsah sacharidu, % vztaženo k sušině (DS)	0,0	0,0	0,0	0,0
rafinóza	1,6	1,7	0,7	2,3
sacharóza	0,4	0,0	0,0	0,6
ostatní disacharidy	5,8	6,2	2,3	8,2
glukóza	7,6	9,3	3,6	11,6
fruktóza	10,4	11,6	17,1	6,5
inositol	7,0	7,7	3,3	9,7
glycerol	43,6	48,9	60,2	35,1
betain				

Tabulka 5

Analýza krystalizace xylitolu

	Počátek	Filtr.	Krystalový koláč	Odtok ¹⁾
Obsah sloučeniny (RDs), g/100 g	93,8	92,9	92,5	17,2 ²⁾
Obsah sacharidu, % vztaženo k sušině (RDs)				
monosacharidy	4,4	4,5	3,5	5,8
glycerol	4,0	4,1	3,4	4,8
mannitol	12,0	12,0	10,7	14,3
rhamnitol	0,9	0,9	0,9	1,1
xylitol	38,0	38,1	44,12	29,7
sorbitol	8,5	7,6	7,8	9,8
ostatní (nedetekovaná látka)	32,2	32,9	29,6	34,5

1) Vzorek odtoku se separoval z krystalizační hmoty zavedené na filtr pomocí laboratorní odstředivky (4500 ot/min)

2) Vzorek se naředil vodou a počáteční obsah sušiny se neurčoval.

Tabulka 6

Analýza krystalizace sacharózy

	Počátek	Filtr.	Odtok	Odtok ²⁾
Obsah sloučeniny (RDs), g/100 g	90,3	91,0	81,9	-
Obsah sacharidu, % vztaženo k sušině (RDs)				
rafinóza	2,2	2,2	2,3	2,3
sacharóza	60,0	57,8	55,1	54,0
betain	5,6	5,9	6,2	6,4

²⁾ Vzorek odtoku se separoval z krystalizační hmoty zavedené na filtr pomocí laboratorní odstředivky (4500 ot/min).

Tabulka 7

Analýza krystalizace xylitolu

	Konec	Filtr.	Krystalový koláč	Odtok ¹⁾	Odtok ²⁾
Obsah sloučeniny (RDs), g/100 g	93,9	89,4	94,3	77,7	-
Obsah sacharidu, % vztaženo k sušině (RDs)					
glycerol	5,1	4,2	2,3	5,3	6,3
mannitol	10,8	10,2	5,5	14,4	16,8
rhamnitol	0,9	0,9	0,4	1,3	1,4
xylitol	45,4	46,3	71,8	30,4	23,1
sorbitol	7,0	7,8	4,6	10,2	11,6
ostatní	30,8	30,6	15,1	38,4	42,2
(monosacharidy a nedetekovaná látka)					

Konec = krystalizační hmota na konci krystalizace

1) Odtok z tlakového filtru Larox

2) Vzorek odtoku se separoval z krystalizační hmoty pomocí laboratorní odstředivky (4500 ot/min)

Tabulka 8

Analýza krystalizace xylitolu

Obsah sacharidu, % vztaženo k sušině (RDs)	Počátek	Filtr.	Krystalový koláč	Odtok ¹⁾	Odtok ²⁾
<u>Filtrace I</u>					
Obsah sloučeniny (RDs), g/100 g	94,0	89,9	94,2	82,4	-
glycerol	2,1	3,7	3,0	3,4	2,3
mannitol	8,7	9,4	4,3	13,4	15,1
rhamnitol	0,7	0,5	1,1	0,7	0,9
xylitol	49,5	46,7	75,2	28,4	22,9
sorbitol	5,2	7,4	10,1	10,4	10,6
ostatní (monosacharidy a nedetekovaná látka)	33,8	32,3	6,3	43,7	48,2
<u>Filtrace II</u>					
Obsah sloučeniny (RDs), g/100 g	94,0	89,0	94,7	79,5	-
glycerol	2,1	3,3	-	-	-
mannitol	9,7	9,1	4,1	12,6	-
rhamnitol	0,7	0,5	0,0	0,8	-
xylitol	49,5	45,2	74,5	24,9	-
sorbitol	5,2	7,2	3,5	9,5	-
ostatní (monosacharidy a nedetekovaná látka)	32,8	34,7	17,9	52,2	-

¹⁾ Vzorek odtoku z tlakového filtru Larox²⁾ Vzorek odtoku se separoval z krystalizační hmoty pomocí laboratorní odstředivky (4500 ot/min)

Tabulka 9

Analýza krystalizace sacharózy

	Počátek	Filtr.	Krystalový koláč	Odtok ¹⁾
Obsah sloučeniny Brix	77,0	92,7	93,6	-
Obsah sacharidu, % vztaženo k sušině (RDs)				
rafinóza	2,5	2,6	1,8	3,7
sacharóza	60,9	61,5	70,8	52,9
betain	5,2	5,3	3,2	5,8

¹⁾ Vzorek odtoku se separoval z krystalizační hmoty pomocí laboratorní odstředivky (4500 ot/min)

Tabulka 10

Analýza krystalizace sacharózy

	Počátek	Filtr.	Krystalový koláč	Odtok ¹⁾	Odtok ²⁾
Obsah sloučeniny Brix	92,0	92,2	95,2	90,0	-
Obsah sacharidu, % vztaženo k sušině (RDs)					
rafinóza	2,6	2,6	1,1	3,2	3,1
sacharóza	54,8	52,2	80,5	46,7	44,1
glukóza	2,8	2,8	1,9	3,2	3,2
fruktóza	0,6	0,5	0,9	0,5	0,6
inositol	0,4	0,3	0,1	0,3	0,4
glycerol	8,3	8,2	2,9	9,8	9,5
betain	5,1	5,0	1,8	6,1	5,8

1) Vzorek odtoku z tlakového filtru Larox

2) Vzorek odtoku se separoval z krystalizační hmoty pomocí laboratorní odstředivky (4500 ot/min)

Tabulka 11

Analýza krystalizace sacharózy

	Počátek	První odtok ¹⁾	Druhý odtok ²⁾	Odtok ²⁾
Obsah sloučeniny (DS), g/100 g	88,1	39,6 ³⁾	45,7 ³⁾	25,7 ³⁾
Obsah sacharidu, % vztaženo k sušině (DS)				
rafinóza	1,2	1,4	1,3	1,4
sacharóza	43,0	36,0	38,8	41,4
glukóza	3,6	2,2	2,2	2,1
fruktóza				

1) Vzorek odtoku se separoval z krystalizační hmoty pomocí laboratorní odstředivky (4500 ot/min)

2) Vzorek odtoku z tlakového filtru Larox

3) DS se měřilo po naředění vzorku.

Tabulka 12

Analýza krystalizace sacharózy

	Počátek	Filtr.	Krystalový koláč	Odtok ¹⁾	První odtok ²⁾
Obsah sloučeniny (DS), g/100 g	89,7	86,3	45,5 ³⁾	34,5 ³⁾	47,9 ³⁾
Obsah sacharidu, % vztaženo k sušině (DS)					
rafinóza	1,0	1,1	0,6	1,1	1,4
sacharóza	57,3	50,2	66,3	41,8	37,5
glukóza	2,7	1,5	1,0	1,9	2,3
fruktóza	6,3	5,3	3,2	0,3	7,1
glycerol	0	11,7	7,2	13,4	0

1) Vzorek odtoku z tlakového filtru Larox

2) Vzorek odtoku se separoval z krystalizační hmoty pomocí laboratorní odstředivky (4500 ot/min)

3) DS se měřilo po naředění vzorku.

Tabulka 13

Příklad	Zaváděný obsah	Celkový výtěžek filtrace		Účinný výtěžek filtrace	
1	40 %	xylóza	63-76 %	57-67 %	
2	52,5 %	xylóza	71 %	63 %	
3	11,2 %	inositol	55 %	40 %	
	47,3 %	betain	38 %	24 %	
4	10,4 %	inositol	60,5 %	40 %	
	43,6 %	betain	47 %	30 %	
5	38 %	xylitol	67 %	31 %	
6	60 %	sacharóza	-	18 %	
7	45,4 %	xylitol	57 %	47 %	
8	49,5 %	xylitol	68 %	60 %	
9	61 %	sacharóza	52 %	28 %	
10	55 %	sacharóza	35 %	28 %	
11	43 %	sacharóza	-	25 %	
12	57,3 %	sacharóza	45 %	29 %	

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Způsob izolace krystalizovatelné organické sloučeniny z roztoků, obsahujících uvedenou sloučeninu, v y z n a č e n ý t í m, že uvedená sloučenina krystalizuje v podstatě nukleačním způsobem z roztoku, který má vysokou viskozitu a vysoké přesycení, sloučenina, která se má izolovat, a vytvořené krystaly se izolují.

2. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m, že se roztok převede do přesyceného stavu zahuštěním odpařováním a vysoké viskozity se dosáhne ochlazením.

3. Způsob podle nároku 2, v y z n a č e n ý t í m, že se ochlazování provádí 10 až 100 hodin.

4. Způsob podle nároku 3, v y z n a č e n ý t í m, že se ochlazování provádí v teplotním rozmezí od 95 do 20°C.

5. Způsob podle některého z nároků 1 až 4, v y z n a č e n ý t í m, že nukleaci v přesyceném

roztoku, který má vysokou viskozitu, způsobuje účinné míchání.

6. Způsob podle některého z nároků 1 až 5, v y z n a č e n ý t í m, že se nukleace iniciuje přidáním zárodečných krystalů sloučeniny, která se má izolovat, do přesyceného roztoku během odpařování nebo chlazení.

7. Způsob podle nároku 6, v y z n a č e n ý t í m, že se pro iniciaci použijí zárodečné krystaly v množství alespoň desetinásobně větším, než je množství odpovídající úplnému naočkování.

8. Způsob podle některého z nároků 1 až 7, v y z n a č e n ý t í m, že se bezprostředně před izolací krystalů sníží viskozita suspenze, obsahující přesycený roztok a krystaly sloučeniny, která se má izolovat.

9. Způsob podle nároku 8, v y z n a č e n ý t í m, že se snížení viskozity realizuje ohřátím a/nebo naředěním suspenze.

10. Způsob podle nároku 8, v y z n a č e n ý t í m, že se snížení viskozity realizuje naředěním

suspenze rozpouštědlem bez podstatnějšího rozpuštění krystalů.

11. Způsob podle nároku 8, v y z n a č e n ý t í m, že se redukce viskozity realizuje vmísením páry do suspenze.

12. Způsob podle některého z nároků 1 až 11, v y z n a č e n ý t í m, že se krystaly izolují filtrací.

13. Způsob podle nároku 12, v y z n a č e n ý t í m, že se krystaly izolují tlakovou filtrací.

14. Způsob podle některého z nároků 1 až 13, v y z n a č e n ý t í m, že roztokem, který má být zpracován, je vodný roztok organické sloučeniny, která se má izolovat.

15. Způsob podle některého z nároků 1 až 14, v y z n a č e n ý t í m, že organickou sloučeninou, která se má izolovat, je cukr, cukrový alkohol nebo další polyol, nebo anhydrid cukrového alkoholu.

16. Způsob podle některého z nároků 1 až 14, v y z n a č e n ý t í m, že organickou sloučeninou, která má být izolována je sacharid, hydroxykyselina nebo její sůl, nebo aminokyselina nebo její sůl.

17. Způsob podle nároku 14 nebo 15, v y z n a č e n ý t í m, že organickou sloučeninou, která má být izolována, je sloučenina zvolená ze skupiny zahrnující xylózu, mannózu, xylitol, mannitol, laktózu, laktitol, sacharózu, glukózu, fruktózu, maltózu, maltitol, isomaltózu, isomaltulózu, laktulózu, α -D-glukopyeanocyl(1 $\rightarrow$ 6)mannitol, α -D-glukopyeanocyl-(1 $\rightarrow$ 6)sorbitol, β -cyklodextrin, kyselinu itakonovou, kyselinu citrónovou, inositol, kyselinu mléčnou, 1,4-anhydroglucitol, glukonáty a glutamáty.

18. Způsob podle nároku 17, v y z n a č e n ý t í m, že organickou sloučeninou, která se má izolovat, je xylóza.

19. Způsob podle nároku 18, v y z n a č e n ý t í m, že přesycenost roztoku, pokud jde o xylózu, se v průběhu krystalizace pohybuje v rozmezí od 1,4 do 4,0.

20. Způsob podle nároku 18 nebo 19, v y z n a č e n ý t í m, že se viskozita přesyceného roztoku v průběhu nukleace pohybuje v rozmezí přibližně od 100 do přibližně 1000 Pas.

21. Způsob podle nároku 20, v y z n a č e n ý t í m, že se viskozita suspenze sníží před izolováním krystalů na 5 až 100 Pas.

22. Způsob podle nároku 17, v y z n a č e n ý t í m, že organickou sloučeninou, která se má izolovat, je xylitol.

23. Způsob podle nároku 17, v y z n a č e n ý t í m, že organickou sloučeninou, která se má izolovat, je sacharóza.

24. Způsob podle některého z nároků 1 až 14, v y z n a č e n ý t í m, že organickou sloučeninou, která se má izolovat, je betain.

25. Způsob podle nároku 18, 22, 23 nebo 24, v y z n a č e n ý t í m, že přesycenost roztoku, pokud jde o látku, která se má izolovat v průběhu krystalizace přesahuje 1,3.

26. Způsob podle nároku 25, v y z n a č e n ý t í m, že viskozita přesyceného roztoku přesahuje v průběhu nukleace 100 Pas.

27. Způsob podle nároku 26, v y z n a č e n ý t í m, že se viskozita před izolací krystalů sníží na hodnotu nižší než 100 Pas.

28. Způsob podle některého z předcházejících nároků 25 až 27, v y z n a č e n ý t í m, že doba chlazení je kratší než 100 hodin.

29. Způsob podle některého z nároků 25 až 28, v y z n a č e n ý t í m, že celková doba až do zahájení separace krystalů je kratší než 300 hodin.

30. Způsob podle některého z nároků 1 až 29, v y z n a č e n ý t í m, že roztokem, obsahujícím organickou sloučeninu, je vodný roztok odvozený z biomasy nebo fermentační roztok.

31. Způsob podle nároku 30, v y z n a č e n ý t í m, že vodný roztok, odvozený z biomasy, lze zvolit z melasy, výpalků, hydrolyzátu biomasy a jeho částí a koncentrátů, získaných z těchto hydrolyzátů.

32. Způsob podle některého z nároků 1 až 31, v y z n a č e n ý t í m, že se odtok, separovaný při izolaci krystalů, použije pro přípravu nového přesyceného roztoku pro krystalizaci, založenou převážně na nukleaci.

33. Způsob podle některého z předcházejících nároků 1 až 32, v y z n a č e n ý t í m, že se získané krystaly rekrystalizují opakováním uvedené metody nebo o sobě známým způsobem.

Zastupuje: 