



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

210 227

(11)

(B1)

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 13 02 80

(21) PV 964-80

(51) Int. Cl. A 23 J 1/16

// A 23 J 1/20

(40) Zverejnené 30 08 82

(45) Vydané 30 08 82

(75)
Autor vynálezu KLEMPA ŠTEFAN ing., BROKEŠ PETER ing. CSc., BORČIN BRANISLAV ing. a
TAMCHYNA JOZEF dr. ing., BRATISLAVA

(54) Spôsob purifikačnej koncentrácie

Vynález rieši membránovým kontinuálnym spôsobom technicky uskutočniteľnú súčasnú koncentráciu a purifikáciu proteínových látok obsahujúcich roztokov a to bez ich fázovej zmeny pri teplotách 5 - 35 °C pri nízkej spotrebe energie a nízkych prevádzkových nákladoch. Technicky je využiteľný aj pre roztoky obsahujúce suspendované alebo zákalové látky vďaka tomu, že ide o proces membránový. Úpravou obehových rýchlostí nad membránovým rozhraním je likvidovaná povrchová polarizačná vrstva a tak nedochádza tu nielen k zníženiu priepustnej kapacity membrán, ale k zanáčaniu membránových pórov.

Predmetom vynálezu je spôsob purifikačnej koncentrácie proteínových roztokov kontinuálnym membránovým procesom, selektívne oddeľujúcim látky o molekulovej hmotnosti pod 10 000, pri nízkej spotrebe energie, za nezvýšenej teploty a to aj z roztokov kalných bez zanášania pórov polopriepustných membrán suspendovanými zložkami pri mechanickej a hygienickej ľahkej údržbe zariadení.

Dosiaľ známe koncentračné alebo frakcionačné membránové procesy sa mohli spoľahlivo použiť prakticky len pri zriedených a dokonale čírych roztokoch. Príčinou toho je, že na membránovom rozhraní dochádza ku koncentračným zmenám, ktoré vyvolávajú jednak pokles kapacity, teda znižovanie rýchlosti priepustnosti, jednak pri roztokoch s obsahom suspendovaných látok dochádza k zanášaniu pórov v mikroštruktúre membrán. Tento úkaz spôsobuje tvorenie sa takzvanej polarizačnej mikrovrstvy, ktorú je možné ovládať len zvyšovaním obehovej rýchlosti spracovávaného roztoku nad membránou, čo pri dosiaľ známych spôsoboch nie je v dostatočnej a spoľahlivej forme vyvinuté a tak nie je možné vystupňovať v jednom zariadení podstatné a ovládateľné zvýšenie koncentrácie bez zníženia skutočnej výkonnosti. Tak spravidla radikálne klesá kapacita dosiaľ známych spôsobov membránovej koncentrácie v závislosti na dobe trvania procesu a dochádza k podstatne zvýšenej spotrebe energie v priebehu koncentračného procesu. Akonáhle dôjde k zníženiu priepustnosti membránových pórov suspendovanými látkami alebo stopovými množstvami tukov zo spracovávaných roztokov, nie je regenerácia semipermeability membrán opakovateľne možná, čo ďalej zvyšuje prevádzkové náklady u dosiaľ známych membránových purifikačných a koncentračných procesov.

Tieto nedostatky doterajších spôsobov odstraňuje spôsob podľa tohto vynálezu, ktorý spočíva v doskovitom usporiadaní semipermeabilných membrán, na povrchu ktorých prúdi purifikovaný roztok vo vrstve o hrúbke nepresahujúcej 0,001 m rýchlosťou nad 0,6 m za sekundu v toku o Reynoldsovom čísle nad 1 000 pri vstupnom tlaku roztoku 0,25 - 0,50 MPa. Tu je nutné použiť membrány o takej selektivnosti, pri ktorej dochádza k prepúšťaniu látok s molekulovou hmotnosťou pod 10 000. Ďalšou podmienkou tu je, že teplota purifikovaného roztoku sa musí pohybovať v rozpätí 5 - 35 °C a reakcia purifikovaného prostredia musí mať s ohľadom na prítomné proteínové látky hodnotu pH 3 - 7. Purifikovaný roztok s výstupným tlakom z membránového zariadenia 0,02 až 0,10 MPa recirkuluje späť po zvýšení tlaku na uvedený vstupný tlak s novým prídavkom pôvodného roztoku v množstve rovnom odseparovanému množstvu.

Dôležité je ďalej, aby v doskovito zloženom membránovom zariadení prúdil purifikovaný roztok v jedinej dráhe toku a aby tu dochádzalo k zmene smeru prúdu toku z jednej membrány do nasledujúcej a samotná dĺžka úhrnnej diaľky toku bola 5 - 50 m. Potom je možné spracovávať aj proteínové roztoky s obsahom zákalových a suspendovaných látok, pretože tu nedochádza k porušeniu mikroštruktúry membrán.

S výhodou je teda účelné rovnobežné usporiadanie membrán do zvislého systému v tesnom zväzku, kde prúdi purifikovaný roztok z konca membrány na začiatok druhej membrány a mení tak smer svojho toku do protismeru.

Pretože kontinuálny systém je tu usporiadaný tak, že sa pôvodný roztok dostáva na membránovú purifikáciu v takom množstve, ktoré objemovo zodpovedá odseparovanému podielu, stáva sa súčet objemov nad membránou skutočným koncentračným priestorom. Potom, akonáhle sa docieli požadovaný stupeň koncentračno - purifikačného procesu, je priamo možné z kontinuálne prebiehajúceho okruhu odvádzať koncentrovaný podiel a do systému dodávať rovnaké množstvo pôvodného roztoku. Za takýchto podmienok je mimoriadne významné, aby obehové pomery plne zodpovedali uvedenému tlakovému spádu, hrúbka vrstiev nad membránami a dĺžka obežnej dráhy boli v uvedených hraniciach dodržané.

Táto okolnosť je tiež príčinou toho, že spotreba energie je tu mimoriadne malá a na odseparovanie 1 000 litrov vody činí spravidla len 10 kWh.

Pri proteínových roztokoch je prirodzene mimoriadne dôležité, aby bolo ľahké dodržiavať spoľahlivú, hygienickú čistotu pri každom spracovateľskom procese. Výhodou doskovito usporiadaných membrán je práve ľahko splniteľná táto podmienka, pretože je tu bez výmeny membrán možná rýchla mechanická a hygienická údržba.

V prípadoch, kde ide o proteínové roztoky o nízkej koncentrácii a množstvo oddeľovaného koncentrovaného podielu je v porovnaní s odseparovanou vodou pomerne malé, môže dochádzať k postupnému miernemu zvyšovaniu teploty cirkulujúceho roztoku. Potom je účelné zaradiť chladiaci člen do cirkulačného okruhu.

P r í k l a d 1

100 dielov roztoku obsahujúceho bakteriálne amylázy o enzymatickej aktivite 100 až 150 DA/g, získaného submerznou fermentáciou s *Bacillom subtilis* sa bez čírenia alebo filtrácie purifikačne koncentruje na membránovom zariadení tak, že tento enzymatický surový substrát prúdi nad semipermeabilnými membránami rýchlosťou 0,8 m za sekundu štrbinou v šírke 0,0009 m pri hodnote Reynoldsovo čísla toku $Re = 1\,200$ pod tlakom na vstupe 0,4 MPa a na výstupe 0,025 MPa úhrnnou dráhou toku v dĺžke 15 m. Cez membránu prechádzajú znečisťujúce látky vo vodnom roztoku s molekulovou hmotnosťou nižšou ako 10 000, prevažne látky minerálne a zbytkové sacharidické látky. Cez membrány takto prejde 95 dielov z purifikačne koncentrovaného roztoku a v skoncentrovaných 5 dieloch stúpne enzymatická aktivita na hodnotu 2 000 - 3 000 DA/g. Spotreba energie na purifikačnú koncentraciu surového roztoku amyláz týmto spôsobom je 9,8 kWh na 1000 kg odseparovaného, enzymatickej aktivity prostého odpadajúceho roztoku.

P r í k l a d 2

100 dielov odpadovej škrobárenskej vody obsahujúcej 1,6 % rozpustených bielkovín sa purifikačne zahusťuje na membránovom zariadení tak, že voda prúdi nad semipermeabilnými membránami štrbinou o šírke 0,001 m rýchlosťou 1,1 m za sekundu pri hodnote Reynoldsovo čísla $Re = 1\,100$ pod tlakom na vstupe 0,3 MPa a na výstupe 0,05 MPa úhrnnou dráhou toku v dĺžke 25 m. Cez membrány prechádza vodný roztok látok s molekulovou hmotnosťou nižšou ako 10 000 prevažne minerálnej povahy v množstve 91 dielov, čo je podiel skutočnej odpa-

dovej vody. Purifikačne zahustený podiel činí 9 dielov, obsahujúci 17,6 % bielkovín.

P r í k l a d 3:

15 dielov srvátky, obsahujúcej 0,6 % bielkovín, 4,8 % laktózy a 0,45 % minerálnych látok sa purifikačne koncentruje membránovým procesom tak, že srvátka prúdi nad semipermeabilnými membránami štrbinou o šírke 0,001 m rýchlosťou 0,9 m za sekundu pri hodnote Reynoldsovho čísla $Re = 0\ 050$ pod tlakom na vstupe 0,5 MPa a na výstupe 0,08 MPa uhrnnou dráhou toku v dĺžke 30 m. Cez membrány prechádzajú vo vodnom roztoku látky minerálne a laktóza v úhrnnom množstve 95 dielov. Bielkovinový koncentrát v množstve 5 dielov obsahuje 12 % bielkovín. Spotreba energie na purifikačnú koncentráciu týmto spôsobom činí 8,0 kWh na 1 tonu srvátky.

Spôsob purifikačnej koncentrácie podľa tohto vynálezu, nakoľko prebieha za normálnej teploty a bez fázovej zmeny, nespôsobuje žiadnu degradáciu proteínových látok, čo napríklad pri koncentrácii enzymatických roztokov znamená úplné zachovanie enzymatickej aktivity. Spotreba energie je ďalej veľmi malá a tak sú aj prevádzkové náklady priaznivé. Ďalej je možná ľahká údržba vzhľadom na mechanickú a hygienickú čistotu v priebehu spracovania rozmanitých proteínových roztokov. Investičné náklady sú tiež podstatne nižšie ako pri iných spôsoboch a je tu možné priame spracovanie proteínové látky obsahujúcich surovín alebo polotovarov bez potreby čistenia alebo filtrácie, pretože tu nedochádza k hromadeniu ľubovoľných suspendovaných látok na membránovom rozhraní.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob purifikačnej koncentrácie proteínových vodných roztokov membránovým procesom vyznačujúci sa tým, že v doskovite zloženom zariadení prúdi purifikovaný roztok vo vrstve o najväčšej hrúbke 0,001 m rýchlosťou nad 0,6 m za sekundu v toku o hodnote Reynoldsovho čísla nad $Re = 1000$ pri vstupnom tlaku roztoku 0,25 až 0,50 MPa po polopriepustnej membráne selektívne prepúšťajúcej látky s molekulárnou hmotnosťou pod 10 000 pri teplote roztoku 5 až 35 °C a hodnote pH 3 až 7, s výstupným tlakom 0,025 až 0,10 MPa a recirkuluje späť s prídavkom pôvodného roztoku v množstve odseparovaného množstva s rovnakým vstupným tlakom a dĺžka úhrnnej dráhy toku činí 5 až 50 m.