



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

199 065

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 29 05 78
(21) PV 3446-78

(51) Int. Cl.¹ C 07 C 31/26

(40) Zveřejněno 31 08 79
(45) Vydáno 01 05 82

(75)

Autor vynálezu

BŘEZINA JAROSLAV ing., OSTRAVA
PĚGRIMOŮ BOHUSLAV ing., OSTRAVA
ČERNÝ MIROSLAV dr.ing., PRAHA

(54) Způsob kontinuální hydrogenace směsi sacharidů v kapalně fázi

1

Předmětem vynálezu je způsob hydrogenace sacharidů v kapalně fázi. Jsou známy postupy, kdy se provádí hydrogenace neredukujících a redukujících sacharidů tak, že se neredukující cukry nejdříve hydrolyzují anorganickými nebo organickými kyselinami, případně solemi, při PH 3, načež po ukončení hydrolýzy se roztok zneutralizuje na PH 6 až 8 a potom se roztok hydrogenuje za mírných podmínek (USA pat. 2 759 024 nebo Brit. pat. 742 553). Podle jiných metod se proces vede stupňovitě tak, že při nízké teplotě se hydrogenuje jen glukóza, načež při vyšších teplotách se potom hydrogenují vyšší sacharidy (Brit. pat. 625 171). Někdy je nutno do roztoku přidat kyselinu, aby se podpořila hydrolýza poly-sacharidů. Podle jiného postupu (USA pat. 2 968 680) se proces vede tak, že první stupeň hydrogenace se vede v neutrálním prostředí (PH 6 až 8) při $t = 140$ až 160°C , potom se přidá silná minerální kyselina (např. H_3PO_4) a pak se znovu hydrogenuje za vyšších teplot 200 až 220°C . Je známo, že reakční rychlost hydrogenace sacharidů se zvyšuje se stoupajícím PH, avšak na druhé straně alkalické prostředí narušuje strukturu sacharidů, což pak vede ke znečišťování produktu hydrogenace. V alkalickém prostředí však neprobíhá hydrolýza oligosacharidů, proto všude tam, kde je žádoucí hydrolýza poly-sacharidů obsažených v surovině se obvykle PH upravuje do kyselé oblasti (např. kyselinami do oblasti PH 3, popřípadě některými solemi).

Je známo, že hydrolýza je reakcí prvního řádu, kde úbytek koncentrace oligosacharidů s časem je úměrný výchozí koncentraci. Vzniklý monosacharid ihned podléhá hydrogenaci, jejíž stupeň je úměrný podmínkám daného prostředí. Rychlost obou reakcí, tj. jak hydrolýzy tak i vlastní hydrogenace se stoupající teplotou obecně stoupá. V oblasti teplot 120 až 135°C na Ni kat. hydrogenace monosacharidů však již zůstává konstantní. Nedostatkem dosud známých způsobů hydrogenace je především to, že k provedení hydrolýzy disacharidu

se do roztoku musí přidávat cizí komponenty (obvykle anorganické nebo organické kyseliny), které se při konečné úpravě musí z roztoku odstranit a proces je tím po technologické i aparaturní stránce složitější.

Navrhovaný postup podle vynálezu zpracovává směs monosacharidů (např. glukózy) a disacharidu (např. sacharózy) v různém procentuelním složení od 5 až 95 % monosacharidu (glukózy) a 95 až 5 % disacharidu. Souhrnný obsah sacharidů v roztoku se pohybuje od 20 až 80 %, nejlépe od 50 až 70 % sušiny. Pro hydrolýzu neredukujících cukrů (např. sacharózy) se přitom využívá jednak počáteční kyselosti výchozí směsi a jednak kyselosti produktu hydrogenace výchozí směsi. Postup se vyznačuje dále tím, že hydrolýza probíhá při teplotách nad 100 °C v mírně kyselém prostředí a to s takovou rychlostí, že rychlost hydrolýzy dostahuje hydrogenačnímu procesu.

Příklad 1

K roztoku obsahujícímu 5 % sacharózy a 45 % glukózy se přidá hydrogenační RA - Ni katalyzátor v množství 4,0 až 6 % váh. (v přepočtu na sušinu). Tato suspenze se čerpadlem dopravuje na vysokotlakou hydrogenaci pod tlakem 10 až 20 MPa. Před vstupem do předehříváče se smíchá s potřebným množstvím tlakového vodíku a předehřeji se na teplotu 120 až 140 °C a vede se na první stupeň hydrogenace. Po průchodu reaktorem na 1 stupni se dále předehřeje na 160 až 200 °C a vede se do reaktoru na druhém stupni. Po ochlazení a oddělení nezreagovaného vodíku se směs expanduje a vede na filtraci k oddělení katalyzátoru. Výsledný produkt po demineralizaci má cca 5 % manitu.

Příklad 2

K roztoku obsahujícímu 60 % sacharózy a 5 % glukózy se přidá hydrogenační RA - Ni katalyzátor v množství cca 4 až 6 %. Tato suspenze se čerpadlem dopravuje na vysokotlakou hydrogenaci pod tlakem 10 až 20 MPa. Před vstupem do předehříváče se smíchá s potřebným tlakovým vodíkem, předehřeje se na teplotu 120 až 140 °C a vede se na první stupeň hydrogenace. Po průchodu reaktory na 1 stupni se směs dále předehřeje na 160 až 200 °C a vede se do reaktorů druhého stupně. Po ochlazení a oddělení plynu se směs expeduje a vede na filtraci. Výsledný produkt po demineralizaci obsahuje 61 % hexitolů, z toho cca 22 % manitu, 0,090 % redukujících cukrů a 0,160 % celkových cukrů (výraz celkové cukry ve smyslu tohoto návrhu představuje stanovení redukujících cukrů dle Schoorla s tím, že zkoumaný vzorek je před stanovením hydrolyzován 0,1 M HCl po dobu 1 hodiny na vodní lázni).

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob kontinuální hydrogenace směsi sacharidů v kapalně fázi, vyznačující se tím, že hydrolýza disacharidů a hydrogenace se provádí simultánně v mírně kyselé oblasti při PH 4,5 až 6,7 za teplot 100 až 170 °C a tlaku 5 až 25 MPa.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že k hydrolýze se využívá kyselosti použitého monosacharidu, popřípadě kyselosti hydrogenátu vzniklého při hydrogenaci.