

[19]中华人民共和国专利局

[51]Int.Cl⁶

C13K 3/00

C07H 3/04



[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 90103099.6

[45]授权公告日 1997 年 11 月 12 日

[11] 授权公告号 CN 1036406C

[22]申请日 90.6.20 [24]颁证日 97.8.16

[21]申请号 90103099.6

[73]专利权人 杜法尔国际研究公司

地址 荷兰韦斯普

[72]发明人 迈克尔·多塞德

鲁道夫·克伦霍尔茨

[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 戎珮庄 杨九昌

审查员 4521

权利要求书 2 页 说明书 4 页 附图页数 1 页

[54]发明名称 制备乳果糖的方法

[57]摘要

本文介绍制备乳果糖的方法，即：制备乳糖和硼砂的碱性水溶液，并在 80℃ 以上加热，然后从得到的转化产物中分离出乳果糖。除硼砂之外，在溶液中不加入碱性物料，在 pH8.3 下进行转化。为在生产中循环使用钠离子，可用硼酸水溶液或同时含有乳糖的硼酸水溶液制备硼砂，而钠离子通过电渗析从转化产物溶液中转移入硼酸溶液中，还可依次用弱酸基离子交换剂和较强酸基离子交换剂很容易地从转化产物溶液中除去钠离子。用硼酸再生弱酸基离子交换剂以便再形成硼砂。

权 利 要 求 书

1. 制备乳果糖的方法，该方法包括制备乳糖和硼砂的碱性水溶液，并在80℃以上温度下加热，然后从得到的转化产物中分离出乳果糖，其特征在于：除硼砂之外，在溶液中基本上不加入碱性物料。

2. 按权利要求1的方法，其特征在于用硼酸水溶液制备硼砂，最好用同时含有乳糖的硼酸水溶液制备；通过电渗析把钠离子从转化产物溶液中转移入硼酸溶液中。

3. 按权利要求1的方法，其特征在于先用弱酸基离子交换剂，接着用较强酸基离子交换剂很容易地从转化产物溶液中把钠离子除去。

4. 按权利要求3的方法，其特征在于用硼酸至少部分地使弱酸基离子交换剂再生；而且在再生期间生成的硼砂至少可部分用于权利要求1所述方法中。

5. 按权利要求1至4的任一权项所述方法，其特征在于：为了分离乳果糖，分离钠离子后的反应物溶液在分离硼酸盐离子之前，最好蒸发至15%—20%干物料后，优选的在30℃至60℃下通过装有弱碱性离子交换剂的层析长柱，用水洗脱。

6. 按权利要求1至4任一权项所述方法，其特征在于为了制备乳果糖粉，把纯度至少为90%(以干物料为基准)的浓乳果糖溶液最好喷雾加入保持运动状态、最好是搅拌下的乳果糖粉中，并使其迅速和良好地分配于其中，以便使乳果糖溶液在粉状颗粒表面始终仅形成一层薄膜，由此，粉状颗粒上的固体物质不断增长。

7. 按权利要求5所述方法，其特征在于为了制备乳果糖粉，把纯度至少为90%(以干物料为基准)的浓乳果糖溶液最好喷雾加入保持

运动状态、最好是搅拌下的乳果糖粉中，并使其迅速和良好地分配于其中，以便使乳果糖溶液在粉状颗粒表面始终仅形成一层薄膜，由此，粉状颗粒上的固体物质不断增长。

制备乳果糖的方法

本发明涉及制备乳果糖的方法，该方法包括先制备乳糖和硼砂的碱性水溶液，然后在80℃以上温度下加热，并从得到的转化产物中分离出乳果糖。

这方法可参见 CA.86:173382h。因为转化需要碱性介质，所以要另外加入氢氧化钠溶液。该方法所得产量较高；硼酸与乳果糖形成一种复合物，该复合物使乳糖的转化平衡向产物方向移动。因此，作为乳糖的转化产物，可形成半乳糖、塔格糖、其它糖类、有机酸和染料。

本发明的目的是提供一种既经济又符合生态学的乳果糖制备方法。

根据本发明的上述方法，除硼砂之外，基本上在溶液中不加入碱性物料也可达到本发明的目的。

这样，大大减少了在离子交换剂的再生中通过离子交换除去碱金属离子后形成的含有碱金属盐的污水。

按照本发明的两个改进实施例，作为本发明的另一步骤，本发明方法能使钠离子再循环：

一个实施例主要在于：在硼酸水溶液中，最好在同时含有乳糖的硼酸水溶液中制备硼砂；并通过电渗析把钠离子从转化产物溶液中转移入硼酸溶液中。

如此，就可能实施钠离子的完全再循环。

为达此目的，只需要由阳离子交换膜分隔的两室即可。其中一室是阴极室，流过硼酸溶液，最好是硼酸和乳糖溶液；另一室是阳极室，流过转化产物溶液。在外加电压下，钠离子迁移入第一室，因此在该室中形成硼砂溶液。

另一实施例主要在于先用弱酸基离子交换剂，接着用较强酸基离

子交换剂尽可能完全地从转化产物溶液中把钠离子基本上除去。而弱酸基离子交换剂最好用硼酸至少部分再生，生成的硼砂至少可部分重复利用。

换言之：只要转化产物溶液中的钠离子浓度比较高，以致弱酸基离子交换剂也能结合这些钠离子，那么，这样的离子交换剂就可使用。如果没有从溶液中完全分离出钠离子，则接着可使用较强酸基离子交换剂。由于用硼酸能使弱酸基离子交换剂较好地再生，因此通过它结合的钠离子仍留在生产中循环使用，仅剩余部分被移至污水中。然而，在用硼酸不能使弱酸基离子交换剂再生的情况下，它的应用也是有利的，无论如何，它可用弱酸再生，这从生态学观点来看极佳，例如采用碳酸，在生态上是完善的。

就分离乳果糖而言，本发明的另一实施例建议：在分离硼酸盐离子之前或之后，使分离钠离子后的反应物溶液，最好蒸发至 15% — 20% 干物料，在 30℃ 至 60℃ 下通过装有弱碱性离子交换剂的长型容器层析柱，用水洗脱。

离子交换剂的这种新的应用不仅使乳果糖得到极好的分离，而且还从反应混合物中分离出半乳糖。可以得到纯度超过 99% 的乳果糖，迄今为止，这种纯度的乳果糖仍以相当高的成本才有可能进行工业生产。

为制备乳果糖粉，本发明方法和改进实施例的最后步骤是：把纯度至少为 90% 的乳果糖（以干物料为基准）的浓溶液慢慢加入（最好喷雾加入）保持缓慢运动（最好为搅拌状态）的乳果糖粉中，并使其迅速和良好地分配其中，以便使乳果糖溶液在粉状颗粒表面始终仅形成一层薄膜，由此，粉状颗粒上的固体物质不断增长。

众所周知，不可能简单地通过浓缩方法使乳果糖从水溶液中结晶。迄今，为制备乳果糖粉，一直是加入甲醇或其它有机溶剂，乳果

糖在这些有机溶液中的溶解度很小，于是沉淀出来。这样，机械分离和干燥的乳果糖粉总是污染有溶剂残留物。

反之，本发明提供的新方法能制得能自由流动的、吸湿小的高纯度乳果糖粉。

就本发明方法而言，缓慢加料、立即分散以及将乳果糖糖浆分散于颗粒使其形成薄膜是关键，即使是仅仅局部的糖浆聚积也应避免。总之，已结晶的物料决不要再溶解于糖浆中，适于这一目的的方法是例如喷雾干燥、桨式干燥和带有搅拌机的其它热空气干燥均是适合于上述目的的。

上述有关电渗析形成硼砂溶液、用弱酸基离子交换剂从转化产物溶液中除去钠离子、用弱碱性离子交换剂作为层析柱分离乳果糖以及乳果糖粉的制备方法在本发明范围内结合起来是有益的，而且其中每一项也可分别应用以便带来某些益处。

实施例

将175kg乳果糖单水合物、46.3kg硼砂和800kg去离子水在95℃加热并保温3小时，形成的反应产物混合物基本上含有74.2kg乳果糖、75.3kg乳糖、8.0kg半乳糖和0.8kg塔格糖。使得到的糖混合物溶液依次通过弱酸基离子交换剂和强酸基离子交换剂，以便除去了从来自硼砂的钠离子，然后将该溶液蒸至15%干物料。

使具有该浓度的溶液通过含有弱碱性离子交换剂的层析柱。

事实上该柱由直径约90cm、高2m的中空圆筒组成，其中填有1000升弱碱性离子交换树脂。在40℃至60℃下，将1000升上述的溶液加到预先装有水的上述柱中，接着以流速1至2床容积/小时用水通过该柱。

附图显示溶液组分的分离，从图中可以看出：获得了不含其它糖的几乎纯的乳果糖成分，而且损失很小。尤其意料不到的是乳糖与乳果糖的急速分离。

用特定的硼交换剂从硼酸中游离出生成的乳果糖溶液，然后如在40 mbar 真空下蒸发至乳果糖含量为65%，于是制得可商售的糖浆。

然而，这种糖浆也可以转变成粉末。

为此，可使用总容量200升、有效容量130 升、搅拌速度 10rpm的蒸汽加热桨式干燥器(De Dietrich SP 200) ，将20kg 乳果糖粉放入该容器中，以流速2 升/小时加入于60℃加热的共 100kg 糖浆，然后干燥30 分钟，将20kg 生成的乳果糖粉留作下一批生产的样品。

如果不按上述方法加入硼砂，则可采用下述方法：

在约45℃下，将175kg 乳糖单水合物、30kg 硼砂和600kg 去离子水搅拌溶解，并流过载有钠离子的弱酸基离子交换剂，用去离子水洗脱，得到的溶液用硼酸至少部分地再生该离子交换剂，并摄取钠离子，经氢氧化钠溶液调至pH8.3，即上述乳糖硼砂溶液的pH值。

然后，用所述溶液进行转化。

说明书附图

糖混合物的分离

