



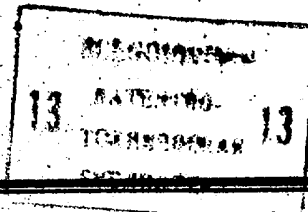
СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(SU) 1072818 A

(51) С 13 К 11/00

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ



(21) 3251316/28-13

(22) 20.02.81

(31) 20105 A/80

(32) 22.02.80

(33) Италия

(46) 07.02.84. Бюл. № 5

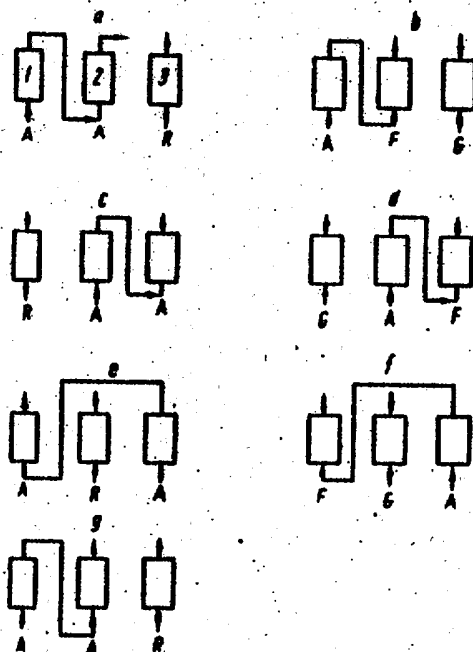
(72) Паоло Панзолли, Аурелио Барбаро,
Адриано Маймоне и Марио Вальдизерри
(Италия)

(71) Э.Н.И. Энте Национале Идрокар-
бури (Италия)

(53) 664.165(088.8)

(56) 1. Патент США № 3806363,
кл. 127-46, опублик. 1974 (прото-
тип).

(54)(57) СПОСОБ РАЗДЕЛЕНИЯ СМЕСИ ГЛЮ-
КОЗЫ И ФРУКТОЗЫ В РАСТВОРЕ, предус-
матривающий пропускание исходного
раствора через анионообменную смолу
в бисульфитной форме и элюирование
глюкозосодержащей фракции водой,
отличающийся тем, что,
с целью увеличения выхода разделен-
ных сахаров, исходный раствор про-
пускают снизу вверх последовательно
через два слоя смолы, при этом фрук-
тозосодержащую фракцию удаляют после
прохождения раствора через второй
слой смолы.



(SU) 1072818 A

Изобретение относится к способу разделения с помощью анионообменных смол фруктозы от глюкозы в глюкозных сиропах, которые изомеризовали с помощью глюкозоизомеразы, и в растворах обращенного сахара.

Известен способ разделения смеси глюкозы и фруктозы в растворе, предусматривающий пропускание исходного раствора через анионообменную смолу в бисульфитной форме и элюирование глюкозосодержащей фракции водой.

Этот способ основан на известном принципе хроматографии и включает загрузку сахарной смеси в верхнюю часть колонны, наполненной смолой, и последующее отбирание набора фракций, обогащенных каждым из сахаров, разделенных друг от друга при элюировании водой. Согласно указанному способу загрузку сахарной смеси необходимо прерывать с тем, чтобы колонну заполнить водой для разделения и отбора фракций глюкозы и фруктозы. По завершении элюирования этих фракций сахарный раствор, содержащий изомерные продукты, поступает в колонну опять для разделения [1].

К недостаткам известного способа относятся высокое разбавление обоих сахаров, разделенных на колонне, и низкая степень разделения изомеров.

Цель изобретения - увеличение выхода разделенных сахаров.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу разделения смеси глюкозы и фруктозы в растворе, предусматривающему пропускание исходного раствора через анионообменную смолу в бисульфитной форме и элюирование глюкозосодержащей фракции водой, исходный раствор пропускают снизу вверх последовательно через два слоя смолы, при этом фруктозосодержащую фракцию удаляют после прохождения раствора через второй слой смолы.

На чертеже изображена технологическая схема процесса с последовательными стадиями работы трех ионообменных колонн.

Способ заключается в следующем.

В колонну 1 подают снизу сахарную смесь, которая поднимается по внутренней части колонны и выходит из последней обогащенной фруктозой. Затем выходящий поток подают снизу в колонну 2. При установлении равновесия колонна 3 насыщена глюкозой и сахарной смесью (стадии а, в на чертеже). Во время выгрузки смеси из колонны 3 колонна 1 все еще наполнена смесью, подлежащей разделению, а из верха колонны 2 выходит только чистый раствор фруктозы. Из колонны 3 глюкоза, задержанная смолой, вымывается раствором, и получается раствор чистой глюкозы.

На стадии (см. чертеж) смола в колонне 1 насыщается глюкозой до тех пор, пока возможно разделение смеси, после чего насыщенная смесь выгружается, и загрузка смеси, содержащей два изомера, осуществляется в колонну 2, откуда выделяется раствор, обогащенный фруктозой, который отправляется в колонну 3.

На стадии д глюкоза элюируется из колонны 1, колонна 2 все еще загружена смесью двух изомеров, а раствор фруктозы вытекает из верха колонны 3.

На стадии е колонна 2 не способна больше участвовать в разделении и поэтому из нее выгружается смесь сахаров. Выходящий поток из колонны 3 направляется в колонну 1, которая уже прорегенерирована.

На стадии происходит элюирование глюкозы из колонны 2 и производство фруктозы из колонны 1, одновременно смесь двух изомеров загружается опять в колонну 3.

Осуществляя серию производственных стадий, повторяемых точно таким же образом, получают необходимый эффект. Как видно из чертежа, стадия д идентична стадии а.

Колонны загружены сильно щелочной анионообменной смолой (Амберлит 1РА-400, Дуолит А 101 Д), нанесенной с помощью четвертичных аммониевых групп на дивинилбензолстирольный полимер, сшитый перекрестно на 6-10%. Смола активирована водным раствором 5%-ного метабисульфита натрия. Температура процесса 30-60°C, предпочтительно 50°C. Длина слоя смолы составляет 2-6 м предпочтительно 3-5 или 5 м.

Концентрация исходного раствора смеси сахаров 30-70%, скорость потока 0,2-1,5 м³/г на 1 м² сечения внутренних частей колонн, наполненных адсорбентом.

Десорбция глюкозы и выделение сахарной смеси из насыщенной колонны для последующего наполнения активной колонны осуществляется водой со скоростью потока, равной скорости, при которой происходит наполнение колонн смесью для разделения.

Пример 1. Используют стеклянную колонну диаметром 5 и высотой 100 см, оборудованную водяной рубашкой для нагрева. Высота подложки из смолы, примененной для заполнения трех колонн, например Амберлит 1РА-400, составляет в общем 300 см, а объем 6 л.

Для загрузки системы сахарной смесью и удаления указанной смеси из колонн, содержащих насыщенные смолы, применяют Батсон-Марлокс насос.

Эффект разделения проверяют на ходе каждой колонны, в частности на

выходе колонны, производящей фруктозу, с помощью поляриметрического измерения угла вращения (Перкин-Кльмер Е 141 поляриметр) и с помощью измерения показателя преломления (Abbe рефрактометр). Более тщательные анализы проводят с помощью газовой хроматографии.

Колонны, термостатированные при 50°C, наполняют водно-дисперсной смолой. Активацию смолы осуществляют с помощью 2 л 5%-ного водного раствора бисульфита натрия, пропуская его со скоростью 6 л/ч. Избыток бисульфита натрия удаляют промыванием смолы 18 л воды. Активированная таким образом смола позволяет выдерживать по крайней мере 200 производственных циклов разделения.

Пилотную установку загружают раствором, содержащим глюкозу и фруктозу в равных количествах с содержанием сухого вещества 60% (вес/об.), со скоростью потока и 0,83 л/ч. Через некоторое время из пилотной установки получают поток раствора глюкозы отдельно от потока фруктозы. Собираемая таким образом фруктоза имеет чистоту 93%, и содержание сухих веществ составляет 20-30% (вес/объем). Поток глюкозы, поступающий обратно на изомеризацию, имеет чистоту 73-85%, и содержание сухих веществ составляет 28-32% (вес/объем). Смесь, возвращаемая в исходную емкость, содержит оба сахара в неизменном количестве и сухих веществ 57-59% (вес/объем).

Выход фруктозы относительно загружаемой смеси составляет около 10-15 вес.%.

В день на 1 л применяемой смолы выход фруктозы (93% чистоты) составляет 0,2 кг.

Пример 2. Для определения влияния высоты столба смолы на качество разделения применяют три колонны, каждая из которых диаметром 1,6 см и высотой соответственно 120; 240 и 360 см, наполнена Амберлитом 1РА-400, активированным бисульфитом. Смолу поддерживают при 50°C с помощью циркулирующей термостатированной воды во внешней рубашке колонн. Слой смолы загружают раствором инвертного сахара 100% при содержании сухих веществ 50% (вес/вес) со скоростью загрузки 30 см/ч. Аналитическую технику используют ту же, что и в примере 1. Результаты показывают, что для этой скорости потока высота слоя смолы возрастает с увеличением чистоты продукта, но не превышает 240 см в двух случаях.

Пример 3. Для определения влияния скорости загрузки на разделение используют колонны диаметром 1,6 и длиной 360 см, наполненные Амберлитом 1РА-400, активированным бисульфитом, поддерживают температуру 50°C. Колонну наполняют раствором инвертного сахара, содержащим по 50% изомеров (вес/вес) при четырех скоростях; 15; 25; 50 и 100 см/ч соответственно. Степень чистоты продукта снижается при увеличении скорости потока выше оптимального.

Пример 4. Получение фруктозы из глюкозы.

Фруктозу получают непосредственно из глюкозы с помощью глюкозоизомеразы и разделяют на смолы. Аппарат, применяемый для этой цели, представляет собой колонну с рубашкой (диаметром 7,8 и длиной 90 см), наполненную 1 кг шариками из ацетата целлюлозы, включающими клетки *Arthrobacter* sp., и систему трех колонн с рубашками общей длиной 450 см и объемом 28,5 л, заполненных Дуолитом А 101 Д - смолой Diaprosin, активированной бисульфитом. Изомеризация глюкозы происходит непрерывно при наполнении колонны для изомеризации раствором глюкозы с 50° Brix и pH 7,0 и при температуре колонны 60°C. При скорости потока 2 л/ч конверсия глюкозы во фруктозу происходит на 48%. Образовавшийся сироп поступает с этой же скоростью в три разделительные колонны таким образом, что повторяются все циклы разделения фруктозы от глюкозы. Такое разделение осуществляют в соответствии с методикой примера 1 за исключением того, что колонна для получения фруктозы больше и позволяет производить 6 кг фруктозы в день с чистотой 93%. Выделенную глюкозу смешивают с дополнительной глюкозой до концентрации в 50° Brix и образовавшийся сироп поступает опять в изомеризационную колонну.

Таким образом, при использовании предлагаемого способа имеет место минимальное разбавление сахаров благодаря прекрасному разделению сахарной смеси на смолах, промываемых водой, и высокий выход фруктозы при применении исключительно анионообменной смолы и изменении только способа подачи, которую теперь осуществляют снизу вверх при противотоке, используя заполненную смолой колонку, которую разгружают, в то время как смесь непрерывно подают, выгрузка производится только тогда, когда колонка насыщена глюкозой.

Производство фруктозы 93% чистоты

Цикл	Время, ч	Рабочие стадии колонны			Количество фруктозы, кг	Количество глюкозы, кг
		1	2	3		
1	1,18	A				
	2,36	A	A			
	3,54	R	A	A		
	4,54	G	A	F	0,11	0,14
	6,12	A	R	A		
	7,12	F	G	A	0,22	0,28
2	8,30	A	A	R		
3	9,30	A	F	G	0,33	0,42
	10,48	R	A	A		
4	11,48	G	A	F	0,45	0,56
		A	R	A		
	13,06					
5	14,06	F	G	A	0,56	0,70
		A	A	R		
	15,24					
6		A	F	G	0,67	0,84
	16,24					
		R	A	A		
	17,43					
7		G	A	F	0,78	0,98
	18,43					
8		A	R	A		
	20,00					
		F	G	A	0,89	1,12
	21,00					
		A	A	R		
	22,18					
9		A	F	G	1,00	1,26
	23,18					
		R	A	A		
	0,36					

Продолжение таблицы

Цикл	Время, ч	Рабочие стадии колонны			Количество фруктозы, кг	Количество глюкозы, кг
		1	2	3		
10	1,36	G	A	F	1,12	1,40
		A	R	A		
	2,54					
		F	G	A	1,23	1,54
11	3,54	A	A	R		
	5,12					
12	6,12	A	F	G	1,35	1,70
		R	A	A		

П р и м е ч а н и е: А - загружаемая смесь; F - получение фруктозы;
R - рециркулирующая смесь; G - отбор глюкозы.

Редактор А.Лежнина Составитель Г.Лопкарева
Техред А.Ач Корректор И.Муска

Заказ 167/55 Тираж 375 Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4