

(11) Patent numeris: **3704**

(51) Int.Cl.⁵: **C13J 1/08**

(21) Paraiškos numeris: **IP1522**

(22) Paraiškos padavimo data: **1993 12 03**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **1995 06 26**

(45) Patent paskelbimo data: **1996 02 26**

(60) SU duomenys: **SU 4614225, 1989 06 08**

(31,32,33) Prioritetas: **882740, 1988 06 09, FI**

(72) Išradėjas:
Heikki Heikkilä, FI
Goran Hyöky, FI
Jarmo Kuisma, FI

(73) Patent savininkas:
CULTOR LTD., Kyllikinportti 2, SF-00240 Helsinki, FI

(74) Patentinis patikėtinis:
Rita Laurinavičiūtė, 5, UAB "Metida", Pilies g. 8/1-2, 2600 MTP Vilnius, LT

(54) Pavadinimas:
Betaino gavimo iš melasos būdas

(57) Referatas:

Sukurtas būdas, kuriame yra išskiriamas betainas, eliuuojant iš runkelių melasos, panaudojant chromatografinę pseudo - judraus sluoksnio sistemą, turinčią mažiausiai tris nuosekliai sujungtas chromatografines kolonas. Betainas eliuuojamas to paties ciklo, kaip ir sacharozė ir liekančioji melasa, metu, kaip trečioji frakcija. Būdas apima melasos tiekimo ir praktiškai tuo pačiu metu vandens tiekimo etapą, bent vieną vandens tiekimo etapą, cirkuliavimo etapą ir sacharozės, betaino ir liekančiosios melasos frakcijų eliuavimą iš pasirinktųjų kolonėlių.

Išradimas apima vertingų medžiagų, dalinai betaino ir sacharozės, gavimo iš runkelių melasos būdą moduluota judančio sluosnio chromatografija.

- 5 Betainas yra vertinga medžiaga, kuri yra vartojama gyvuliniais pašarams, o taip pat farmacijoje ir kosmetikoje.

10 Betaino randama daugelio augalų šaknyse, sėklose ir stiebuose. Jo koncentracija cukriniuose runkeliuose yra santykinai didelė: nuo 1,0 iki 1,5% sausos medžiagos. Kai cukriniai runkeliai yra apdorojami sacharozės gavimui, betainas koncentruojasi melasoje. Runkelių melasa paprastai turi nuo 3 iki 8% betaino, perskaičiuoto sausi medžiagai.

Betainas yra amfoterinis junginys, turintis formulę:



- 25 Žinoma kaip gauti betainą iš runkelių melasos, likusios melasos ar žliaugtų jonų mainais, ekstrakcija su organiniu tirpikliu, arba chromatografiškai.

30 Chromatografinis betaino gavimo būdas yra aprašytas JAV patente Nr. 4 359 430; šis metodas tai procesas, kuriame melasa, turinti betainą, pavyzdžiui runkelių melasa, yra patalpinta į kolonėles, turinčias katijonų mainų polistirolų sulfonato su šarminiu metalu derva, kai tekėjimo greitis nuo 0,5 iki 20 m³/h/m². Ekstrakcija su vandeniu yra atliekama betaino, sacharozės ir likusios
35 melasos gavimui iš priešingos dervos sluoksniui pusės.

Moduliuota arba pseudo-judančio sluoksnio chromatografija, t.y. daugiapakopis atskyrimo procesas, kuriame tirpalas, turintis dvi ar daugiau medžiagų, kurios turi būti atskirtos, cirkuliuoja stacionarios fazės atžvilgiu, buvo panaudota dviejų komponentų gliukozės/fruktozės iš sirupo su dideliu fruktozės kiekiu arba sacharozės/likusios melasos nuo melasos atskyrimui.

Pirmasis komercinis moduliuoto judančio sluoksnio metodas buvo aprašytas JAV patente Nr. 2 985 589. JAV patentas Nr. 4 404 037 aprašo moduliuotą judančio sluoksnio techniką, kur anglis yra naudojama kaip adsorbentas sacharozės atskyrimui nuo melasos. JAV patentai 4 426 232 ir 4 533 398 aprašo panašius metodus, kur ceolitas yra naudojamas kaip adsorbentas. JAV patentas 3 997 357 aprašo tolesnį sacharozės gavimo iš melasos būdą, ir JAV patentai Nr. 4 519 845, 4 332 623 ir 4 405 455 sacharozės atskyrimo nuo melasos būdus. JAV patentas Nr. 4 461 649 aprašo moduliuotą priešpriešinį cukrų atskyrimo būdą. Šių atskyrimo metodų reziumė yra pateikiama pvz.: Food Engineering (Anon) 1983 55 (5) 154 psl., ir Sugar y Azucar (1987) rugpjūtis, 27 ir 29 psl. (u. Bhawarda).

Komerciniai moduliuoti judančio sluoksnio metodai taip pat yra aprašyti JAV patente 3 732 982, JAV patente Nr. 4 412 866 ir Chemical Engineering 1981 Rugpjūtis/Rugsėjis 389-393 psl. (P. Barker ir kt.). Europos patento paraiškoje Nr. 0279946, moduliuotas judančio sluoksnio metodas yra aprašytas runkelių melasos išskyrimui į tris ar daugiau frakcijų. Tačiau, betaino gavimas nėra išaiškintas ir metodo našumas yra žemas.

Runkelių melasa turi sacharozę, betainą, druskas, amino rūgštis ir kitus organinius, ir neorganinius komponentus. Ypatingai norima gauti betainą tuo pačiu ciklu

kaip sacharozę. Tačiau ankščiau tai nebuvo įmanoma, naudojant moduliuoto judančio sluoksnio metodus.

5 Ankstesniuose betaino gavimo iš runkelių melasos, naudojant chromatografinius metodus, metoduose, atskyrimo galimybė ir/arba atskirtų sausų frakcijų kiekis buvo mažas.

10 Todėl šio išradimo tikslas sacharozės, betaino ir liekančios melasos išskyrimas, naudojant chromatografinę techniką, kurioje visos trys frakcijos yra gaunamos to paties ciklo metu.

15 Kitas šio išradimo tikslas - daug betaino turinčios frakcijos gavimas viena frakcionavimo stadija be kitos frakcionavimo stadijos būtinumo.

20 Dar kitas šio išradimo tikslas yra didelės betaino išskyrimo išeigos pasiekimas taip, kad atskyrimo našumas būtų didelis, skirtingų komponentų produkto frakcijose išeiga didelė, ir ekstrakcinio vandens suvartojimas būtų mažas.

25 Toliau pateikiami brėžiniai yra išradimo variantų iliustracija.

1 PAV. yra schematinis aparato, turinčio keturias nuosekliai sujungtas chromatografines kolonėles, vaizdas;

30 2 PAV. yra schematinis aparato, turinčio aštuonias nuosekliai sujungtas chromatografines kolonėles, vaizdas; ir

35 3 PAV. yra 1 pavyzdžio 8 kolonėlės ekstrahavimo profilio grafinis atvaizdavimas.

Pagal anksčiau paminėtus tikslus ir kitą, šis išradimas apima patobulintą betaino ir sacharozės gavimo chromatografine moduliuto judančio sluoksnio technika metoda, apimanti betaino kaip trečios frakcijos išskyrimą ekstrakcija vieno ciklo metu praktiškai kartu su sacharoze ir liekančiąja melasa.

Detaliau šis išradimas apima betaino ir sacharozės gavimo iš melasos metoda per tą patį chromatografinį moduliuto judančio sluoksnio sistemos ciklą, turintį mažiausiai tris kolonėles, sujungtas nuosekliai ir pritaikytas skysčių tekėjimui per kolonėles viena kryptimi. Ciklas apima melasos tiekimo etapą, tiekiant melasos žaliavos tirpalą į vieną iš kolonėlių, o praktiškai tuo pat metu tiekiant vandenį į kitą kolonėlę, vandens tiekimo etapą, tiekiant vandenį į vieną iš kolonėlių, cirkuliacijos etapą, apimanti melasos žaliavos tirpalo ir vandens cirkuliaciją per kolonėles, ir ekstrahavimo etapą, apimanti sacharozės frakcijos ekstrahavimą iš vienos iš kolonėlių, betaino frakcijos ekstrahavimą iš vienos iš kolonėlių ir liekančios melasos frakcijos ekstrahavimą iš vienos iš kolonėlių.

Geriau viena ar daugiau, ir geriausiai dvi ar trys produkto frakcijos, parinktos iš grupės, susidedančios iš sacharozės, liekančios melasos ir betaino yra ekstrahuojamos iš kolonėlių, tiekiant melasą ir vandenį. Betainas yra geriausiai ekstrahuojamas, kai vanduo yra tiekiamas iš kolonėlės dugno žemyn pagal srovę (t.y. toliau minimos sistemos srauto kryptimi) iš kolonėlės, į kurią yra tiekiamas vanduo.

Kitame konstrukcijos variante betainas yra ekstrahuojamas praktiškai atskira frakcija papildomai arba vietoj liekančios melasos vandens tiekimo metu.

Dar kitame konstrukcijos variante, metodas toliau apima antrą cirkuliacijos etapą, kuriame liekančioji melasa yra ekstraguojama tarp pirmos ir antros cirkuliacijos pakopų. Kolonėlė, iš kurios liekančioji melasa yra ekstraguojama patalpinta toliau žemyn pagal srovę, į kurią yra tiekiamas vanduo.

Kituose konstrukcijos variantuose, sacharozė gali būti ekstraguojama iš tos pačios kolonėlės, kaip ir betainas, anksčiau negu minėto betaino minėta ekstrakcija, ir betainas ir liekančioji melasa gali būti ekstraguota vienas po kito iš tos pačios kolonėlės.

Geriausieji ciklai turi apytikriai nuo 3 iki 14 etapų, tačiau dar tinkamesni yra apytiksliai nuo 4 iki 8.

Taip pat tinkamiau, kad būtų nuo apytiksliai 3 iki apytiksliai 14 chromatografinių kolonelių, sujungtų nuosekliai, ir tinkamiausia - nuo 4 iki 8 nuosekliai sujungtų chromatografinių kolonelių. Chromatografinė kolonėlė gali turėti vieną kolonėlę arba daugybę trumpų kolonelių, kurių kiekviena turėtų medžiagos padavimo paskirstymą ir eluento surinkimą.

Taip pat tinkama, kad skysčio tekėjimo greitis kolonėlėse būtų nuo apytiksliai 0,5 iki 10 m³/h/m².

Toliau teikiama pirmenybė, kad ekstrakcijos metu naudojama temperatūra būtų keliama nuo apytiksliai 40°C iki apytiksliai 85°C. Taip pat teikiama pirmenybė stipriai rūgštiniais monovalentiniais katijonų mainams kaip kolonėlės užpildymo medžiagai.

Tinkamiausias eluento tirpalas yra vanduo, kadangi jis yra praktiškiausias ir ekonomiškai naudingas. Tačiau gali būti panaudojami kiti specialistams žinomi šioje srityje elumentai.

Šis išradimas taip pat apima betaino ir sacharozės gavimo metodą iš runkelių melasos su chromatografiškai moduluoto judančio sluoksnio sistema, turinčia mažiau-
5 tas ir pritaikytas skysčių tekėjimui viena kryptimi per kolonėles, nuosekliai apimančias (1) melasos žaliavos tirpalo tiekimą į vieną iš kolonėlių, praktiškai tuo pat metu tiekiant vandenį į kitą kolonėlę žemyn nuo kolonėlės, kuri pripildyta melasos žaliavos tirpalo, ir
10 praktiškai tuo pat metu produkto frakcijų, parinktų iš grupės, susidedančios iš liekančios melasos frakcijos, betaino frakcijos po liekančios melasos frakcijos, sacharozės frakcijos, ir sacharozės frakcijos po betaino frakcijos ekstrakciją; (2) melasos žaliavos tirpalo ir
15 vandens cirkuliavimą tekėjimo per kolonėles kryptimi; (3) vandens tiekimą į vieną iš kolonėlių ir liekančios melasos, betaino arba abiejų ekstrakciją iš kolonėlės žemyn pagal srovę; (4) melasos žaliavos tirpalo ir vandens cirkuliavimą skysčio tekėjimo per kolonėles
20 kryptimi; (5) etapų (2) ir (3) pakartojimą apytiksliai 1-6 kartus per vieną ciklą; ir (6) (1) etapo pakartojimą apytiksliai 1-2 kartus arba daugiau per vieną ciklą.

25 Metodus toliau gali apimti ciklo pakartojimą iš karto tiesiogiai po pasiektos pusiausvyros. "Pusiausvyra" čia reiškia, kad visų frakcijų kompozicija yra pastovi ir visų frakcijų suma atitinka žaliavos tirpalo kompoziciją.

30 Pagal išradimą metode yra nuosekliai naudojama keletas chromatografinių kolonėlių. Kolonėlės tarpusavyje yra sujungtos su vamzdžiais taip, kad cirkuliacija per visas kolonėles gali būti palaikoma tiksliai su vienu siurbliu. Vietoje vieno siurblio gali būti naudojama
35 keletas; pavyzdžiui, siurbliai gali būti įtaisyti tarp

keleto ar visų kolonėlių. Srauto greitis yra nuo 0,5 iki 10 m³/h/m² per kolonėlės skersinį plotą.

1 pav. yra parodytas aparatas, turintis 4 chromatogra-
5 fines, nuosekliai sujungtas kolonėles 1-4.

Kolonėlės yra užpildytos stipriai rūgštine gėlio tipo
katijonų mainų derva (t.y. "Zerolit 225" ar "Finex C09")
geriausiai monovalentinėje formoje, o tinkamiausiai
10 natriu ir/ar kaliu.

2 pav. iliustruoja pagal šį išradimą kitą aparatą, ku-
ris yra panašus į tą, kuris yra parodytas 1 paveiksle,
bet kuriame yra aštuonios nuosekliai sujungtos kolo-
15 nėlės 1-8.

Kolonėlės turi žaliavos linijas 19, 20 ir produkto li-
nijas taip, kad žaliavos tirpalas ir eluento vanduo
gali būti tiekiami į kolonėles ir produkto frakcija
20 surenkama į kolonėles.

Detaliau, yra paruoštas pirmasis rezervuaras 17, kuris
turi praskiestą melasą, tiekiamą į iš anksto parinktą
kolonėlę. Melasa yra paduodama į iš anksto parinktą
25 kolonėlę per melasos tiekimo siurbli 22 į melasos tie-
kimo vamzdį. Aparatas taip pat turi antrąjį rezervua-
rą 18, kuris turi vandenį. Vanduo yra tiekiamas į iš
anksto parinktą kolonėlę per vandens tiekimo siurbli 23
į vandens tiekimo vamzdį 20. Žaliavos linijos 19, 20 ir
30 produkto linijos 27-29, kaip ir vamzdžių linijos, su-
jungiančios kolonėles 9-12, turi 30-60 kranų tam, kad
padavimas ir surinkimas galėtų būti nutrauktas, kai bus
paduotas ar surinktas, atitinkamai, iš anksto nustaty-
tas tirpalo kiekis.

35

Produkto linijos turi autonominius prietaisus (neparo-
dyti), jų pagalba produkto kokybė gali būti kontro-

liuojama operacijos metu. Autonominiai prietaisai yra aerometras ar panašiai; refraktometras, konduktometras, nefeliometras ir termometras. Proceso kontrolė yra atliekama su mikroprocesoriumi ar kompiuteriu.

5

Prieš chromatografinį atskyrimą žaliavos tirpalas (runkelių melasa) yra praskiedžiamas su vandeniu iki apytiksliai nuo 40 iki 60 svorio procentų koncentracijos. Praskiestos žaliavos tirpalas, idėjus natrio karbonato, kad atskirti kalcią kaip kalcio karbonatą, filtruojamas, naudojant diatominę žemę kaip pagalbinę filtravimo medžiagą. Prieš paduodant į atskyrimo kolonėles 1-4, melasos tirpalas yra pakaitinamas su šilumokaičiu 24 iki temperatūros, reguliuojant nuo apytiksliai 50° iki apytiksliai 85°C.

15

Ekstrakcija yra atliekama su vandeniu, kuris yra tiekiamas per vandens rezervuarą 18, vandens tiekimo vamzdį 20, ir vandens tiekimo siurblią 23. Vanduo tinkamiausiai yra pašildomas šilumokaityje 26 iki temperatūros nuo apytiksliai 50° iki apytiksliai 85° C prieš ekstrakcijos atlikimo etapą. Atskyrimo metu, žaliavos tirpalo porcija yra cirkuliuojama per kolonėlių eilę siurbliu 21. Nauja žaliavos tirpalo porcija yra pridedama į kolonėles tarp dalinai atskirtos liekančios melasos ir sacharozės frakcijų į iš anksto parinktos kolonėlės viršų.

20

25

Pavyzdžiui, kai žaliavos tirpalas yra tiekiamas į pirmą kolonėlę, betaino ir liekančios melasos frakcijos gali būti surinktos nuo antros kolonėlės dugno. Trečioji kolonėlė tuo pat metu užpildoma vandeniu, ir sacharozės frakcija gali būti surinkta nuo ketvirtos kolonėlės.

30

Įmanoma ekstraguoti sacharozės ir betaino frakcijas vieną po kitos iš tos pačios kolonėlės, užpildant eluento vandeniu iki viršaus anksčiau buvusią kolonėlę

35

kolonėlių eilėje. Kaip matyti iš 3 pav., sacharozės ir betaino frakcijos tokiu būdu dalinai sutampa, tačiau gautos frakcijos turi reikiamą švarumą.

- 5 Užpildžius žaliavos tirpalu ir eluento vandeniu kolonėles ir surinkus produkto frakcijas, pradedama tirpalų, esančių kolonėlėse, cirkuliacija. Tirpalų cirkuliacija vyksta vidinėje kolonėlių eilėje, kol nauja žaliavos tirpalo porcija ir/arba eluento vanduo gali
10 būti tiekiama į tas pačias iš anksto parinktas kolonėles kaip buvo naudojama anksčiau.

- Norint cirkuliacija gali būti nutraukta ir vanduo gali būti pildomas į kolonėlę žemyn pagal srovę nuo pirmesnio vandens tiekimo taško, kad surinktų liekančiąją
15 melasą ir/arba betaino frakciją iš kolonėlės patalpintos žemiau pagal srovę kolonėlių eilėje.

- Cirkuliacija gali būti tęsiama, kol sekanti žaliavos
20 tirpalo porcija ar eluentinio vandens porcija yra paduodama į kolonėles, patalpintas žemiau pagal srovę kolonėlių eilėje kaip ankstesniame cikle. Tai didina atskyrimo efektyvumą.

- 25 Būdas, kuriame yra nustatyta, kuri frakcija turi būti išplauta tam, kad būtų gautas betainas, sacharozė ar liekančioji melasa pagal šį išradimą yra žinomas praktikoje. Pavyzdžiui, sacharozės ekstrakcija gali būti nustatyta automatinio optinio aktyvumo matavimu. Joninių
30 necukrų ekstrakcija gali būti nustatyta automatinio laidumo matavimu. Betaino ekstrakcija gali būti nustatyta surinktų pavyzdžių analize. Liekančios melasos ekstrakcija pradedama, kai tankumo ir laidumo matavimai pradeda augti. Šie matavimai yra naudojami optimalių
35 frakcijų tūrių nustatymui. Papildomai visas sausos medžiagos frakcijos kiekis gali būti nustatytas autonominiu tankio matavimu.

Sacharozės kiekis sacharozės frakcijoje, gautoje pagal šio išradimo metodą gali kisti nuo apytiksliai 80 iki apytiksliai 95% sausų kietų medžiagų, ir betaino kiekis betaino frakcijoje nuo apytiksliai 25 iki apytiksliai 80% sausų kietų medžiagų. Sacharozės kiekis liekančioje melasos frakcijoje gali kisti nuo apytiksliai 15 iki apytiksliai 30% sausų kietų medžiagų. Tačiau reikšmės neatspindi naujų metodų efektyvumo ribų, jie yra normalios veiklos esminiai pavyzdžiai, kai naudojama runkelių melasa, turinti apie 60% sacharozės ir nuo 4,5 iki 5,5% betaino visų kietų medžiagų.

Sacharozės frakcijos sausos medžiagos kiekis gali kisti nuo 25 iki apytiksliai 35 svorio %, betaino frakcijos sausos medžiagos kiekis ir liekančios melasos frakcijos nuo apytiksliai 4 iki apytiksliai 10 sv. %.

Šie taip pat yra naujo metodo veikimo pavyzdžiai. Runkelių melasos sausas kiekis yra apie 80%.

Tuomet betainas gali būti gautas iš betaino frakcijos bet kuriuo praktikoje žinomu būdu. Tinkamiausi procesai, kurie gali būti panaudoti betainui ar farmacinio grynumo betaino monohidratui gauti yra išdėstyti JAV patentė Nr. 4 359 430.

Tolesniuose pavyzdžiuose šis išradimas bus iliustruotas detaliau aprašant betaino, sacharozės ir liekančiosios melasos atskyrimą nuo runkelių melasos realiai to paties ciklo metu, naudojant chromatografinį modifikuotą judančio sluoksnio metodą. Šie pavyzdžiai neturėtų būti laikomi išradimo apribojimu, greičiau jie yra chromatografinio modifikuoto judančio sluoksnio metodo betaino kaip trečios frakcijos gavimo iš runkelių melasos tuo pat metu su sacharoze ir liekančia melasa per tą patį ciklą pavyzdžiai.

1 PAVYZDYS

5 Buvo naudojama automatinė chromatografinė įranga. Technologinis lapas yra pateikiamas pav. 2. Jis susideda iš aštuonių kolonėlių, žaliavos siurblio, cirkuliacijos siurblio, eluentinio vandens siurblio, tekėjimo ir slėgimo kontrolės prietaisų ir įvairių proceso srautų įėjimo ir išėjimo čiaupų.

10 Kolonėlės, kurių kiekvienos skersmuo 200 mm, buvo užpildytos su stipriai rūgštine katijonų mainų derva ("Finex C09", pagaminta Finnish Sugar Co Ltd.). Derva turėjo polistirolo divinilbenzolo gardelę su sulfoninėmis rūgštinėmis grupėmis. Dervos sluoksnio aukštis
15 buvo 1250 mm visose kolonėlėse. Dalelės dydžio vidurkis buvo apie 0,36 mm. Derva pirmiausia buvo regeneruota į natrio formą. Eksploatacijos metu ji laipsniškai buvo sukalibruota su katijonais, esančiais žaliavos melsoje. Pasiekus pusiausvyrą, procesas gali būti tęsiamas
20 savaitėmis be svarbių pakeitimų. Tirpalų, įpiltų į kolonėles temperatūra buvo apie 70°C, ir tekėjimo greitis buvo 120 litrų per valandą (l/h).

25 Žaliavos tirpalas buvo runkelių melasa, iš kurios kalcis buvo nusodintas, pridėjus natrio karbonato (pH 9). Nusodintas kalcio karbonatas buvo nufiltruotas.

30 Sacharozės ir betaino atskyrimas buvo atliekamas 5 etapais, kur kiekviena kolonėlė turėjo savo specifinę funkciją. Kolonėlės buvo sujungtos iš eilės ir tekėjimo kryptis visada buvo nuo 1 kolonėlės iki 2 kolonėlės ir t.t., ir nuo 8 kolonėlės atgal į 1 kolonėlę kaip išdėstyta toliau:

35 1 etapas: Melasa buvo tiekiamas į 1 kolonėlę ir liekančioji melasa buvo ekstraguojama iš 6 kolonėlės. Tuo pačiu metu vanduo buvo tiekiamas į 7 kolonėlę, ir sa-

charozė, ir betainas šia eile pašalinami iš 8 kolonėlės (žiūr. pav. 3.).

5 2 etapas: Vanduo buvo tiekiamas į 7 kolonėlę ir liekančioji melasa buvo pašalinama iš 6 kolonėlės.

3 etapas: Visose kolonėlėse tirpalas cirkuliuoja su cirkuliaciniu siurbliu.

10 4 etapas: Vanduo buvo tiekiamas į 3 kolonėlę ir liekančioji melasa pašalinama iš 2 kolonėlės.

5 etapas: Cirkuliavimas visose kolonėlėse.

15 Kai eiliškumas baigėsi, proceso kontrolės programa tęsiama grįžtant į 1 etapą. Pakartojus šiuos eiliškumus nuo 5 iki 7 kartų, sistema buvo sukalibruota ir produkto frakcijos su pastovia sudėtimi buvo pašalintos ir išanalizuotos (žiūr. lentelės 1 ir 2).

20

Atskyrimas buvo kontroliuojamas mikroprocesoriumi, tiksliai nustatančiu žaliavos tūrius, cirkuliavimą ir produkto frakcijas.

25 1 lentelėje parodyta žaliavos, cirkuliavimo ir produkto frakcijų tūriai. 2 lentelėje parodyta žaliavos ir produkto frakcijų sudėtys pagal svorį sausų medžiagų pagrindu. Pav. 3 yra grafinis ekstrakcijos iš 1 kolonėlės profilio atvaizdavimas, parodantis druskų, oligosacharidų, sacharozės ir betaino koncentraciją kaip laiko funkciją.

30

LENTELĖ 1

Žaliavos, cirkuliavimo ar produkto frakcijos tūriai litrais

5

Etapo Nr.	1	2	3	4	5
Žaliava	25	-	-	-	-
Liekančios melasos frakcija	25	15	-	30	-
Betaino frakcija	25	-	-	-	-
Sacharozės frakcija	25	-	-	-	-
Cirkuliavimas	-	-	62	-	62

LENTELĖ 2

Žaliavos sudėtys ir produkto frakcijos

10

	Sausa medžiaga (kg/l)	Sacharozė (sv. % kiet. medž.)	Betainas (sv. % kiet. medž.)	Kitos medžiagos (sv. % kiet. medž.)
Žaliava	0.623	58.4	7.6	34.0
Liekančios melasos frakcija	0.104	33.3	0.6	66.1
Betaino frakcija	0.047	11.1	70.9	18.0
Sacharozės frakcija	0.295	86.8	3.3	9.9

2 PAVYZDYS

Įrengimai, derva ir sąlygos buvo tos pačios kaip ir 1 pavyzdyje, išskyrus tekėjimo greitį, kuris buvo 150 l/h.

15

Procesio kontrolė buvo atliekama 2*7 etapų eiliškumu. 1 iki 7 etapai apima vienos melasos porcijos padavimą ir tris vandens ekstrakcijos etapus. Operacijos nuo 8 iki

14 etapuose buvo identiškos analogiškos nuo 1 iki 7, bet buvo atliktos keturiomis kolonėlėmis toliau žemiau pagal srovę (kolonėlių eilėje tekėjimo kryptimi).

- 5 1 etapas: Melasos tirpalas buvo tiekiamas į 7 kolonėlę ir liekančioji melasa buvo ekstraguota iš 4 kolonėlės. Tuo pat metu vanduo buvo tiekiamas į 5 kolonėlę ir sacharozė ekstraguota iš 6 kolonėlės.
- 10 2 etapas. Cirkuliavimas visose kolonėlėse.

3 etapas. Vanduo buvo tiekiamas į 1 kolonėlę ir liekančioji melasa buvo ekstraguota iš 8 kolonėlės.
- 15 4 etapas: Cirkuliavimas visose kolonėlėse.

5 etapas: Vanduo buvo tiekiamas į 5 kolonėlę ir tuo pat metu betainas ir liekančioji melasa tokia eile buvo ekstragotos iš 4 kolonėlės.
- 20 6 etapas: Cirkuliavimas visose kolonėlėse.

7 etapas: Vanduo tiekiamas į 1 kolonėlę ir betainas buvo išekstraguotas iš 8 kolonėlės.
- 25 8 etapas: Melasos tirpalas buvo tiekiamas į 3 kolonėlę ir liekančioji melasa buvo išekstraguota iš 8 kolonėlės, ir tuo pat metu vanduo buvo tiekiamas į 1 kolonėlę, ir sacharozė buvo išekstraguota iš 2 kolonėlės.
- 30 9 etapas: Cirkuliavimas visose kolonėlėse.

10 etapas: Vanduo buvo tiekiamas į 5 kolonėlę, ir liekančioji melasa buvo ekstraguota iš 4 kolonėlės.
- 35 11 etapas: Cirkuliavimas visose kolonėlėse.

12 etapas: Vanduo buvo tiekiamas į 1 kolonėlę, ir tuo pat metu betainas ir liekančioji melasa tokia eile buvo išsekstraguoti iš 8 kolonėlės.

5 13 etapas: Cirkuliavimas kolonėlėse.

14 etapas: Vanduo buvo tiekiamas į 5 kolonėlę, ir betainas buvo išsekstraguotas iš 4 kolonėlės.

10 3 lentelė rodo žaliavos, cirkuliavimo ir produkto frakcijos tūrius, ir 4 lentelė - žaliavos ir produkto frakcijų sudėtis.

3 LENTELĖ

15

Žaliavos, cirkuliavimo ir produkto frakcijų tūriai litrais

Etapo Nr.	1/8	2/9	3/10	4/11	5/12	6/13	7/14
Žaliava	25	-	-	-	-	-	-
Liekančios melasos frakcija	25	-	25-	10	-	-	
Betaino frakcija	-	-	-	-	15	-	15
Sacharozės frakcija	25	-	-	-	-	-	-
Cirkuliavimas	-	70	-	56	-	56	-

4 LENTELE

Žaliavos ir produkto frakcijų sudėtis

	Sausa medžiaga (kg/l)	Sacharozė (sv. % kiet. medž.)	Betainas (sv. % kiet. medž.)	Kitos medžia- gos (sv. % kiet. medž.)
Žaliava	0.615	58.4	7.6	34.0
Liekančios me- lasos frakcija	0.089	23.5	4.8	71.7
Betaino frakcija	0.082	21.9	35.9	42.5
Sacharozės frak- cija	0.281	92.5	0.9	6.6

5

3 PAVYZDYS

Įrengimai, derva ir sąlygos buvo tos pačios kaip 2 pa-
vyzdyje. Procesas, kaip ir 2 pavyzdyje, buvo kont-
10 roliuojamas 2*7 etapų eiliškumu. Operacijos nuo 8 iki
14 etapuose buvo identiškos analogiškoms nuo 1 iki 7,
bet buvo atliktos keturiomis kolonėlėmis žemiau pagal
srovę. Pagrindinis skirtumas buvo tai, kad betaino
frakcija buvo gauta atskirai iš vienos iš anksto nu-
15 matytos kolonėlės.

1 etapas: Melasa buvo tiekiamą į 1 kolonėlę ir lie-
kančioji melasa buvo išekstraguota iš 4 kolonėlės. Tuo
pat metu vanduo buvo tiekiamas į 5 kolonėlę ir sa-
20 charozė išekstraguota iš 6 kolonėlės.

2 etapas: Cirkuliavimas visose kolonėlėse.

3 etapas: Vanduo buvo tiekiamas į 1 kolonėlę ir lie-
25 kančioji melasa buvo išekstraguota iš 8 kolonėlės.

4 etapas: Cirkuliavimas visose kolonėlėse.

5 etapas: Vanduo buvo tiekiamas į 5 kolonėlę ir liekančioji melasa buvo išekstraguota iš 4 kolonėlės.

6 etapas: Cirkuliavimas visose kolonėlėse.

5

7 etapas: Vanduo buvo tiekiamas į 1 kolonėlę ir be-
tainas buvo išekstraguotas iš 8 kolonėlės.

8 etapas: Melasa buvo tiekama į 5 kolonėlę, ir lie-
kančioji melasa buvo išekstraguota iš 8 kolonėlės. Tuo
pat metu vanduo buvo tiekiamas į 1 kolonėlę ir
sacharozė išekstraguota iš 2 kolonėlės.

10

9 etapas: Cirkuliacija kolonėlėse.

15

10 etapas: Vanduo buvo tiekiamas į 5 kolonėlę, ir lie-
kančioji melasa buvo išekstraguota iš 4 kolonėlės.

11 etapas: Cirkuliavimas visose kolonėlėse.

20

12 etapas: Vanduo buvo tiekiamas į 1 kolonėlę, ir lie-
kančioji melasa buvo išekstraguota iš 8 kolonėlės.

13 etapas: Cirkuliavimas visose kolonėlėse.

25

14 etapas: Vanduo buvo tiekiamas į 5 kolonėlę, ir be-
tainas buvo išekstraguotas iš 4 kolonėlės.

Frakcijos turi būti parodyti 5 lentelėje, ir žaliavos ir
produkto frakcijos - 6 lentelėje.

30

5 LENTELE

Žaliavos, cirkuliavimo ir produkto frakcijos tūriais litrais

5

Etaipo Nr.	1/8	2/9	3/10	4/11	5/12	6/13	7/14
Žaliava	20	-	-	-	-	-	-
Liekančios mela- sos frakcija	20	-	30	-	20	-	-
Betaino frakcija	-	-	-	-	-	-	20
Sacharozės frak- cija	20	-	-	-	-	-	-
Cirkuliavimas	-56	-	55	-	55	-	

6 LENTELE

Žaliavos ir produkto frakcijų sudėtys

10

	Sausa medžiaga (kg/l)	Sacharozė (sv. % kiet. medž.)	Betainas (sv. % kiet. medž.)	Kitos medžia- gos (sv. % kiet. medž.)
Žaliava	0.615	59.0	6.1	34.9
Liekančios me- lasos frakcija	0.058	11.3	5.4	83.3
Betaino frak- cija	0.064	8.8	25.4	65.8
Sacharozės frakcija	0.358	90.1	1.4	8.5

4 PAVYZDYS

Įrengimai, derva ir sąlygos buvo tos pačios kaip 1 ir 3 pavyzdžiuose, išskyrus kolonėlių skaičių; jos buvo 4, ir tekėjimo greitį, kuris buvo 120 l/h (žaliavos, cir-

kuliavimo ir liekančios melasos ekstrakcijos) ir 280 l/h (sacharozės ir betaino ekstrakcija).

Dervos sluoksnio aukštis buvo 2500 mm.

5

Procesas buvo kontroliuojamas 8 etapais.

10 1 etapas: Melasa buvo tiekiamą į 1 kolonėlę, ir liekančioji melasa buvo išekstraguota iš 3 kolonėlės. Tuo pat metu vanduo buvo tiekiamas į 4 kolonėlę, ir sacharozė ir betainas, šia eile buvo išekstraguota iš tos pačios kolonėlės dugno.

15

2 etapas: Cirkuliavimo kolonėlėse.

3 etapas: Vanduo buvo tiekiamas į 1 kolonėlę, ir liekančioji melasa buvo išekstraguota iš 4 kolonėlės.

20

4 etapas: Cirkuliavimas visose kolonėlėse.

5 etapas: Vanduo buvo tiekiamas į 2 kolonėlę, ir liekančioji melasa buvo išekstraguota iš 2 kolonėlės.

25

6 etapas: Cirkuliavimas visose kolonėlėse.

7 etapas: Vanduo buvo tiekiamas į 2 kolonėlę, ir liekančioji melasa buvo ekstraguojama iš 2 kolonėlės.

30

8 etapas: Cirkuliavimas visose kolonėlėse.

7 LENTELE

Žaliavos, cirkuliavimo ir produkto frakcijų tūriai litrais

5

Etapo Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8
Žaliava	20	-	-	-	-	-	-	-
Liekančioji melasa	20	-	16	-	16	-	16	-
Betainas	28	-	-	-	-	-	-	-
Sacharozė	24	-	-	-	-	-	-	-
Cirkuliavimas	-	30	-30	-32	-32			

8 LENTELE

Žaliavos ir produkto frakcijų sudėtys

10

	Sausa medžiaga (kg/l)	Sacharozė (sv. % kiet. medž.)	Betainas (sv. % kiet. medž.)	Kitos medžiagos (sv. % kiet. medž.)
Žaliava	0.790	62.3	6.5	31.2
Liekančioji melasa	0.094	30.1	2.1	67.8
Betainas	0.045	21.2	59.1	19.7
Sacharozė	0.311	89.3	1.9	8.8

Daugelis kitų šio išradimo variantų būtų aiškūs šios srities specialistams, ir yra svarstomi pateikiamoje apibrėžtyje. Todėl anksčiau pateikti patentai yra ištraukti kaip nuoroda.

15

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

1. Bėtaino ir sacharozės gavimo iš runkelių melasos per
tą patį chromatografinės pseudo-judraus sluoksnio sis-
temos, turinčios mažiausiai tris iš eilės sujungtas ir
5 pritaikytas tekėjimui viena kryptimi kolonėles, ciklą,
būdas, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad šis ciklas
turi:
- 10 - melasos tiekimo veiksmą, apimantį melasos žaliavos
tirpalo tiekimą į vieną iš minėtų kolonėlių, ir prak-
tiškai tuo pačiu metu eliuentinio vandens tiekimą į
kitą iš minėtų kolonėlių,
- 15 - eliuentinio vandens tiekimo veiksmą, apimantį vandens
tiekimą į vieną iš minėtų kolonėlių,
- cirkuliacijos veiksmą, apimantį minėto melasos tir-
palo ir vandens cirkuliavimą per minėtas kolonėles,
- 20 - produktų frakcijų eliuavimą minėtuose veiksmuose,
pasirinktų iš grupės, susidedančios iš liekančios me-
lasos frakcijos, bėtaino frakcijos, po kurios eina
liekančios melasos frakcija, sacharozės frakcijos ir
25 sacharozės frakcijos, po kurios eina bėtaino frak-
cija,
- ir minėtų veiksmų pakartojimas nuo 1 iki 6 kartų
vieno ciklo metu.
- 30
2. Būdas pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s
tuo, kad sacharozę ir bėtaino frakciją eliuuoja nuo-
sekliai iš vienos iš minėtų kolonėlių.
- 35
3. Būdas pagal 1 ar 2 punktą, b e s i s k i r i a n t i s
tuo, kad minėtas melasos tiekimo veiksmas ir minėtas
vandens tiekimo veiksmas turi taip pat ir dviejų arba

trijų produktų, pasirinktų iš grupės, susidedančios iš sacharozės, liekančios melasos ir betaino, eliunavimą iš vienos iš minėtų kolonėlių.

- 5 4. Būdas pagal 3 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad minėtą betainą eliuuoja minėto vandens tiekimo veiksmo metu iš kolonėlės, esančios pasroviui nuo kolonėlės, į kurią tiekia vandenį.
- 10 5. Būdas pagal 3 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad minėtą liekančiąją melasą taip pat eliuuoja, kaip praktiškai atskirą frakciją, papildomai prie minėto betaino, vandens tiekimo veiksmo metu.
- 15 6. Būdas pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad minėtą betainą ir minėtą liekančiąją melasą eliuuoja vieną po kito iš tos pačios kolonėlės.
- 20 7. Būdas pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad naudoja nuo 3 iki apytikriai 14, geriausia nuo 4 iki apytikriai 8, nuosekliai sujungtas chromatografinės kolonėles.
- 25 8. Būdas pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad absorbentu minėtose chromatografinėse kolonėlėse naudoja stipriai rūgštinę katijonitinę dervą.
- 30 9. Būdas pagal 8 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad stipriai rūgštinė kationitinė derva yra vienvalentės formos, geriausiai natrio arba kalio, arba jų mišinys.
- 35 10. Būdas pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad skysčio tekėjimo greitis minėtose kolonėlėse yra nuo apytikriai 0,5 iki apytikriai 10 m³/h/m².

11. Būdas pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad minėto cirkuliuojančio žaliavos tirpalo ir vandens temperatūra yra nuo apytikriai 400°C iki apytikriai 850°C.

5

12. Betaino ir sacharozės gavimo iš runkelių melasos iš chromatografinės pseudo-judraus sluoksnio sistemos, turinčios mažiausiai tris chromatografines, nuosekliai sujungtas ir pritaikytas skysčių tekėjimui viena kryptimi kolonėlės, būdas, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad iš eilės atlieka:

(1) melasos žaliavos tirpalo tiekimą į vieną iš minėtų kolonėlių ir liekančiosios melasos frakcijos eliuavimą iš kolonėlės, esančios pasroviui nuo minėtos kolonėlės, į kurią yra tiekiamas minėtas melasos žaliavos tirpalas,

(2) vandens tiekimą į vieną iš minėtų kolonėlių pasroviui nuo minėtos kolonėlės, į kurią tiekia minėtą melasos žaliavos tirpalą, maždaug tuo pat metu, kaip ir minėtą melasos žaliavos tirpalą, ir produktų frakcijų, susidedančių iš sacharozės frakcijos, po kurios eina betaino frakcija, eliuavimą iš kolonėlės, esančios pasroviui nuo minėtos kolonėlės, į kurią tiekia vandenį,

(3) minėto melasos žaliavos tirpalo ir vandens cirkuliuavimą per minėtas kolonėles nurodyta tekėjimo kryptimi,

30

(4) vandens tiekimą į vieną iš minėtų kolonėlių ir liekančiosios melasos eliuavimą iš kolonėlės, esančios pasroviui nuo minėtos kolonėlės, į kurią tiekia vandenį,

35

(5) minėto melasos žaliavos tirpalo ir vandens cirkuliavimą per minėtas kolonėles nurodyta tekėjimo kryptimi,

5 (6) vandens tiekimą į vieną iš minėtų kolonėlių ir liekančiosios melasos eliuavimą iš kolonėlės, esančios pasroviui nuo minėtos kolonėlės, į kurią tiekia vandenį,

10 (7) minėto melasos žaliavos tirpalo ir vandens cirkuliavimą per minėtas kolonėles nurodyta tekėjimo kryptimi.

15 13. Būdas pagal 12 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad pakartoja 1-7 etapus, pradedant nuo melasos žaliavos tirpalo tiekimo į kolonėlę, esančią pasroviui nuo minėtos kolonėlės, į kurią minėtas melasos žaliavos tirpalas buvo tiekiamas ankstesnio ciklo metu.

20 14. Betaino ir sacharozės gavimo iš runkelių melasos, naudojant chromatografinę pseudo-judraus sluoksnio sistemą, turinčią mažiausiai tris chromatografines, nuosekliai sujungtas ir pritaikytas skysčių tekėjimui viena kryptimi kolonėles, būdas, b e s i s k i r i a n t i s
25 tuo, kad iš eilės atlieka:

(1) melasos žaliavos tiekimą į vieną iš minėtų kolonėlių ir liekančiosios melasos frakcijos eliuavimą iš kolonėlės, esančios pasroviui nuo minėtos kolonėlės, į
30 kurią tiekia minėtą melasos žaliavos tirpalą,

(2) vandens tiekimą į vieną iš minėtų kolonėlių, esančių pasroviui nuo minėtos kolonėlės, į kurią yra tiekiamas melasos žaliavos tirpalas, praktiškai tuo pat
35 metu, kaip ir minėtas melasos žaliavos tirpalas, ir produktų frakcijos, pasirinktos iš grupės, susidedančios iš sacharozės, betaino ir sacharozės frakcijos,

po kurios eina betaino frakcija, eliuavimą iš kolonėlės, esančios pasroviui nuo minėtos kolonėlės, į kurią tiekia vandenį,

5 (3) minėto melasos žaliavos tirpalo ir vandens cirkuliavimą per minėtas kolonėles nurodyta tekėjimo kryptimi,

10 (4) vandens tiekimą į vieną iš minėtų kolonėlių ir liekančiosios melasos eliuavimą iš kolonėlės, esančios pasroviui nuo minėtos kolonėlės, į kurią tiekia vandenį,

15 (5) minėto melasos žaliavos tirpalo ir vandens cirkuliavimą per minėtas kolonėles nurodyta tekėjimo kryptimi,

20 (6) vandens tiekimą į vieną iš minėtų kolonėlių ir liekančiosios melasos eliuavimą iš kolonėlės, esančios pasroviui nuo minėtos kolonėlės, į kurią tiekia vandenį,

(7) minėto melasos žaliavos tirpalo ir vandens cirkuliavimą per minėtas kolonėles nurodyta tekėjimo kryptimi.

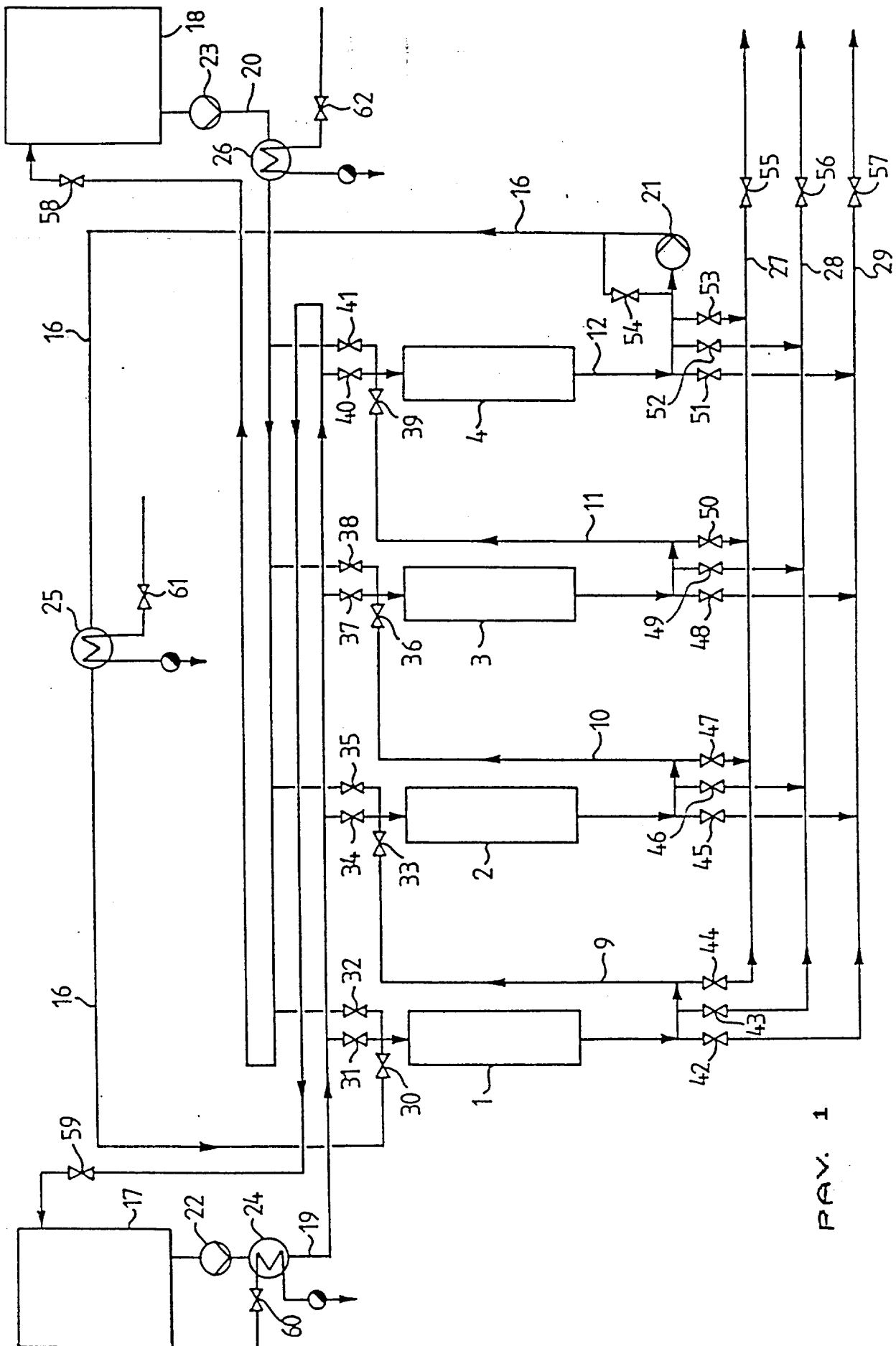
25

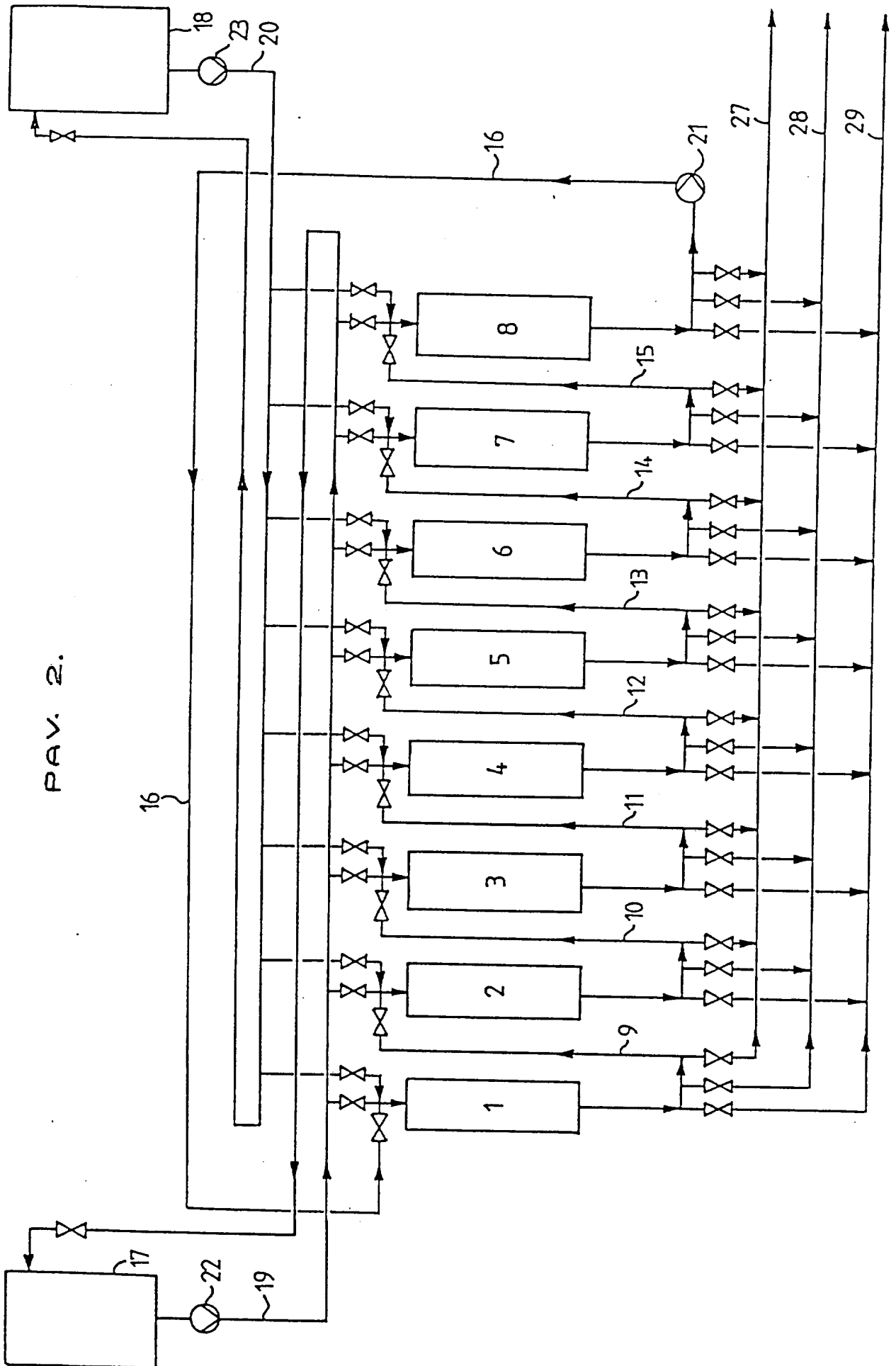
15. Būdas pagal 1,2,12 ir 14 punktus, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad pasiekus pusiausvyrą, minėtą ciklą pakartoja.

30 16. Būdas pagal 15 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad kartoja 1-7 veiksmus, pradedant nuo melasos žaliavos tirpalo tiekimo į kolonėlę, esančią pasroviui nuo minėtos kolonėlės, į kurią minėtas melasos tirpalas buvo tiekiamas ankstesnio ciklo metu.

35

LT 3704 B





PAV. 2.

PAV. 3.
8 KOLONELĖS EKSTRAKCIJOS
PROFILIS (1 PAVYZOYS)

