

389255

P.- 47.375

18424/vi



Memoria descriptiva

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I.P.C.	
CLASE	C 13
SUBCLASE	K

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de SUOMEN SOKERI OSAKEYHTIÖ

entidad / ~~nacionalidad~~ finlandesa

con domicilio en Mannerheimintie 15, Helsinki, Finlandia.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA SEPARAR LA FRUCTOSA Y GLUCOSA DEL AZUCAR INVERTIDO"

(Clase Internacional C13k)

6.4.71

- 1 -

389255



Esta invención se refiere a un procedimiento y aparato para la separación entre fructosa y glucosa del azúcar invertido.

5 Es conocida la separación entre sí de los dos monosacáridos del azúcar invertido, fructosa y glucosa, mediante una resina de intercambio de cationes porosa adecuada, con lo que una solución acuosa de azúcar invertido es dividida en una solución rica en glucosa y una solución rica en fructosa. Para este fin es conocido el uso de, por ejemplo, poli(sulfonato de estireno) como resina de intercambio de cationes, en cuyo caso se obtienen los mejores resultados cuando se ha reticulado con la resina, durante su preparación, de 2 a 6% de divinilbenceno. Además, se ha determinado que con una sal de metal alcalinotérreo de la resina se consigue una separación mejor que con una sal de metal alcalino de la resina. En la práctica, la sal cálcica ha resultado ser ventajosa.

15 Sin embargo, los procedimientos conocidos para separar fructosa y glucosa entre sí son técnicamente complicados, el grado de separación es relativamente malo, y su economía es dudosa.

20 En la memoria descriptiva de la patente EE.UU. nº 3.044.904 se describe la teoría de la separación entre fructosa y glucosa. El procedimiento allí especificado es poco adecuado para la separación técnica. Para conseguir un grado de separación mejor, la memoria descriptiva sugiere la recirculación de las fracciones recogidas. La memoria descriptiva de la patente británica nº 1.083.500 describe un procedimiento muy complicado técnicamente, según el cual se recirculan varias fracciones.

En los procedimientos para separar fructosa de glucosa, un problema importante es el suministro uniforme de solución de azúcar invertido sobre la superficie de la resina, en la columna de resina, ya que el suministro uniforme de la solución sobre la superficie de la resina es difícil. Cuantas más fracciones se recirculen, es decir, se lleven a la superficie de la resina, más complicaciones son causadas por el suministro, es decir, en otras palabras, se duplican las complicaciones causadas por el suministro.

Un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento y aparato que superan, o al menos mitigan, las dificultades antes mencionadas.

Según un aspecto de la presente invención, se proporciona un procedimiento para separar la fructosa de la glucosa de un azúcar invertido, que comprende hacer pasar una solución acuosa de azúcar invertido, que contiene fructosa y glucosa y agua, por una columna que contiene, sumergida en agua, una sal de resina de intercambio de cationes; recoger una fracción de retorno, entre la recogida de una fracción de glucosa y una fracción de fructosa, para diluir la solución de azúcar invertido a suministrar, cuyo contenido de material seco no es mayor del 35% en peso, calculado en el azúcar invertido suministrado, teniendo la solución de azúcar invertido que es suministrada a la columna un contenido de material seco de 25 a 55% en peso, con un caudal de 0,2 a 1,5 m³ por hora y por m² de sección recta de la columna de resina, y siendo la altura de la resina de la columna aproximadamente de 2,5 a 5 m.

Según un segundo aspecto de la presente invención, se proporciona un aparato para efectuar el procedi-

389255



miento según cualquiera de los párrafos precedentes, el cual aparato comprende una columna para contener una sal de resina de intercambio de cationes; medios para suministrar una solución de azúcar invertido a la columna; medios para suministrar agua a la columna; medios para dividir la solución que sale de la columna, durante el uso del aparato, en tres fracciones, una fracción rica en glucosa, una fracción rica en fructosa y una fracción de retorno; medios para dirigir dichas tres fracciones a sus respectivos recipientes independientes; y medios para suministrar la fracción de retorno, para la dilución de una solución espesa de azúcar.

Mediante la presente invención se ha conseguido una "separación ideal", con la que no se suministraba fracción alguna a la superficie de la resina. Además, el procedimiento y aparato pueden ser técnicamente sencillos de llevar a efecto para la separación entre fructosa y glucosa, con lo que se puede obtener al mismo tiempo un grado de separación muy bueno, y con lo que las fracciones a recircular comprenden solamente la fracción que, como tal, sin más tratamiento, puede ser utilizada en el procedimiento para dividir la solución de azúcar invertido. Por tanto, la separación entre fructosa y glucosa según la invención puede conseguirse con gran economía.

La invención se basa en la sorprendente observación de que, haciendo considerablemente mayor la altura normal de la resina usada en los métodos conocidos (0,6 a 1,8 m), la separación entre fructosa y glucosa tiene lugar más aprisa y de forma más completa. Haciendo uso de esta observación se han producido, según la invención, un



método y equipo técnica y económicamente muy prácticos para la separación de dichos monosacáridos entre sí.

Ventajosamente, la sal de resina de intercambio de cationes es una sal de un metal alcalinotérreo, tal como calcio, y la resina es preferiblemente una resina de intercambio de cationes de poli(sulfonato de estireno) que ha sido reticulado con divinilbenceno. Naturalmente, el caudal real depende de la temperatura de trabajo y del tamaño de las partículas de resina. El contenido de material seco en la fracción de retorno es preferiblemente no mayor del 25% en peso, calculado para el azúcar invertido suministrado, y la altura de la resina en la columna está preferiblemente comprendida entre 3 y 4 m.

Para entender mejor la invención, y para mostrar cómo la misma puede ser llevada a efecto, se hará ahora referencia, a título de ejemplo, a los dibujos adjuntos, en los que:

La figura 1 muestra una vista esquemática de un procedimiento según la invención, y

La figura 2 muestra un gráfico de las fracciones retiradas de una columna.

Haciendo ahora referencia a la figura 1 de los dibujos, una solución 1 espesa de azúcar, que viene de una instalación azucarera, es diluída en A con una fracción 2 de retorno (que se describirá en más detalle más adelante), y la solución de azúcar diluído es invertida de manera conocida, en B. La solución de azúcar invertido es suministrada luego a la columna C, que contiene la resina de intercambio de cationes preferida, antes descrita, sumergida en agua. Tras cada tanda de azúcar invertido se sumi

389255

10 ABR 1971



nistra en 3 a la columna C una cantidad calculada de agua,
y luego otra tanda de azúcar invertido. Así, el suministro
de azúcar invertido y agua tiene lugar subsiguientemente,
de manera que, tras la solución de azúcar invertido, siem-
5 pre se suministra agua a la columna C. La glucosa es rete-
nida por la resina más débilmente que la fructosa, y avan-
za más rápidamente en el baño de agua que fluye ante ella.
Para el momento en que la tanda (fracciones de glucosa, de
retorno y de fructosa) que precede a esta tanda de agua ha
10 salido de la columna, la glucosa ha tenido tiempo de enri-
quecerse, en la parte inferior de dicha tanda de agua, mien-
tras que la fructosa está enriquecida en su parte superior
(estando en el medio la parte más débilmente separada, la
fracción de retorno). La solución que sale de la columna
15 es dirigida alternativamente a un recipiente G de glucosa,
un recipiente E de retorno y un recipiente F de fructosa,
en este orden. La operación de dirigir la solución se con-
trola mediante un analizador D que usa la propiedad que tie-
nen las soluciones de glucosa y fructosa de hacer rotar el
20 plano de polarización de la luz polarizada, y el peso espe-
cífico o índice de refracción de las soluciones. Las solu-
ciones de glucosa y fructosa obtenidas son dirigidas por
separado a un evaporador H y un cristalizador I, Los cris-
tales obtenidos son después aislados y secados.

25 El grado de pureza de las soluciones de glucosa
y fructosa retiradas de la columna C es generalmente de
95 a 97% de glucosa, o respectivamente, de fructosa, calcu-
lado en base al contenido de material seco. Como es sabi-
do, la pureza de las soluciones de fructosa y glucosa tie-
30 ne un efecto decisivo sobre su cristalización, y para la



capacidad del procedimiento. Una pureza del 95% en las so-
luciones es considerada, en sí misma, como técnicamente
satisfactoria, y una pureza del 97% como excelente. En el
procedimiento según la invención, el grado de pureza de la
5 solución de, respectivamente, fructosa o glucosa, puede
llegar al 100%, pero se dirige una solución rica en, res-
pectivamente, fructosa o glucosa, a los recipientes F y G,
hasta que el grado medio de pureza de toda la fracción sea
aproximadamente de 95 a 97%. Igual que en cristales, la
10 fructosa es vendida también como solución, en cuyo caso el
grado de pureza debe ser en general aproximadamente 95%.
Por tanto, la solución de fructosa obtenida de la columna
C puede ser un producto acabado, que cumple con los requi-
sitos de calidad comercial.

15 Haciendo referencia ahora a la figura 2, de los
dibujos, las fracciones retiradas de la columna son repre-
sentadas gráficamente, mostrándose en ordenadas el conte-
nido de material seco (mg/100 ml) de las diferentes frac-
ciones, y mostrándose en abscisas el tiempo (en horas).
20 La columna de sucesiva y repetidamente una fracción I de
glucosa, una fracción II de retorno y una fracción III de
fructosa, en ese orden. El punto cero representa la ini-
ciación del procedimiento.

En el procedimiento según la invención, la re-
25 sina es, ventajosamente una resina del intercambio de iones,
de poli(sulfonato de estireno), en forma de sal cálcica,
y reticulada con divinilbenceno. Un tamaño medio de partí-
cula técnicamente adecuado para la resina es de 0,15 a
0,4 mm, buscándose la máxima uniformidad de tamaño de gló-
30 bulos. La velocidad continua de flujo en la columna es de

389255



0,2 a 1,5 m³ por hora y por m² de sección recta de la columna de resina. La temperatura en la columna puede ser de 50 a 75°C, pero también se pueden usar temperatura menores, por ejemplo, temperatura ambiente, en cuyo caso, sin embargo, disminuye la capacidad correspondientemente. El contenido de material seco en la solución de azúcar suministrada a la columna puede ser de 25 a 55% en peso.

La invención se refiere también al aparato para efectuar el procedimiento de la invención, el cual aparato comprende una columna C que contiene la resina, medios para suministrar una solución de azúcar invertido a la columna C, y medios para suministrar agua 3 a la columna C, medios para dividir en tres fracciones la solución que sale de la columna C, una fracción rica en glucosa (pureza del 95% o mayor), una fracción rica en fructosa (pureza del 95% o más), y una fracción de retorno, medios para dirigir las tres fracciones a sus respectivos recipientes independientes (G, F, E), y medios para suministrar la fracción de retorno a la dilución de la solución de azúcar invertido.

Se han hecho ensayos para determinar qué significancia tiene la altura de la capa de resina, sobre la separación conseguida y sobre la capacidad. En los ensayos se usó una columna que tenía un área de sección recta de 1 m².

Como es evidente por la tabla siguiente, el rendimiento de fructosa con una capa de 1,5 m de resina fué 17% en peso, y se elevó, con el mismo caudal de suministro, a 37% en peso cuando la altura de la resina fué aumentada hasta 2,5 m. Con una altura de resina de 3,5 m, el

389255

10 ABR 1977



mente de 2,5 a 5 m, y ventajosamente de 3 a 4 m.

5 En la tabla anterior se ha prescindido del tanto por ciento de glucosa, pero puede obtenerse restando de 100 la suma, como valores de tanto por ciento, de la fracción de fructosa y la fracción de retorno. La presente invención trata particularmente de la recogida de la fructosa del azúcar invertido, ya que la fructosa es considerablemente más importante, como producto, que la glucosa, que en este procedimiento es recogida principalmente como producto secundario. Por esta razón, la recogida de fructosa tiene una significación esencial en relación con la presente invención.

10 Como se ha explicado antes, mediante el tratamiento de separación según la presente invención se obtienen las soluciones de fructosa y glucosa directamente, mediante flujo por la columna como soluciones de producto, sin necesidad de devolverlas para un nuevo tratamiento en la columna. Solo se devuelve la fracción comprendida entre las fracciones de glucosa y fructosa, para recirculación y favorablemente para dilución de la solución espesa de azúcar para inversión. Con tal fin, el contenido de material seco de la fracción de retorno no debe ser mayor de 35% en peso, preferiblemente no mayor de 25% en peso, calculado en base al azúcar invertido suministrado. Si la cantidad de material seco, como tanto por ciento, es mayor que el suministro, causa evaporación adicional (el contenido de material seco (g/100 ml) de la fracción de retorno se mantiene sustancialmente constante, con lo que ante un aumento de la cantidad de material seco aumenta correspondientemente el volumen de líquido), o bien, si no se

389255



10 ABR 1971

efectúa evaporación adicional, se obtienen soluciones más diluidas. Por otra parte, el contenido de material seco en las soluciones de producto afecta a los costes de evaporación.

5 Si en algunos casos fuera demasiado pequeña la cantidad de material seco de la fracción de retorno que viene del recipiente E hasta A (siendo la cantidad de líquido correspondientemente menor), puede añadirse la cantidad en defecto de agua 4. En tal caso se ha hecho demasiado poco uso de la capacidad del equipo, y aumentando la cantidad de azúcar invertido suministrado se puede hacer que la fracción de retorno sea mayor. Así, este último caso no causa costes adicionales, como sucedía en el caso anterior en que la cantidad de material seco de las fracciones de retorno, calculada en base al azúcar invertido suministrado, es generalmente mayor del 35% en peso (con una altura de resina de 1,5 m, de 50 a 55% en peso).

10 Como es evidente por la tabla, las fracciones de retorno con 50 y 55, así como 36, 41 y 47% en peso, obtenidas usando alturas de capa de resina de 1,5 y 2 m, por las razones antes dadas no pueden ser usadas para diluir sin evaporar. En cambio, las fracciones de retorno obtenidas cuando se usan alturas de capa de resina de 2,5 m (suministro de 75 y 100 kg), 3,5 m, 4,25 m y 5 m (suministro de 125 kg) pueden ser usadas con buenos resultados para diluir la solución espesa de azúcar.

REIVINDICACIONES

30 Los puntos de invención propia y nueva, que se

389255

10 ABR 1977



presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años son los siguientes:

5 1.- Procedimiento para separar la fructosa y glucosa del azúcar invertido, que comprende pasar una solución acuosa de azúcar invertido, que contiene fructosa y glucosa y agua, por una columna que contiene, sumergida en agua, una sal de resina de intercambio de cationes; recoger una fracción de retorno entre la recogida de una fracción de glucosa y una fracción de fructosa, para diluirla solución de 10 azúcar invertido a suministrar, cuyo contenido de material seco no es mayor que 35% en peso, calculado en base al azúcar invertido suministrado; teniendo la solución de azúcar invertido que se suministra a la columna un contenido de material 15 seco de 25 a 55% en peso, y un caudal de 0,2 a 1,5 m³ por hora y por m² de sección recta de la columna de resina, y siendo la altura de resina en la columna aproximadamente 2,5 a 5 m.

20 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, donde la resina es una resina de intercambio de cationes de poli(sulfonato de estireno).

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, donde la sal de resina de intercambio de cationes es una sal de un metal alcalinotérreo.

25 4.- Procedimiento según la reivindicación 3, donde el metal alcalinotérreo es calcio.

5.- Procedimiento según la reivindicación 2, 3 o 4, donde se ha reticulado divinilbenceno con el poli(sulfonato de estireno).

30 6.- Procedimiento según cualquiera de la reivin-

20-4-74

389255

-6



dicaciones precedentes, donde el contenido de material seco en la fracción de retorno no es mayor del 25% en peso, calculado en base el azúcar invertido suministrado.

5 7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la altura de la resina está comprendida entre 3 y 4 m.

10 8.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde de la corriente de salida de la columna se recogen, en este orden, una fracción de glucosa, una fracción de retorno a devolver a la circulación, y una fracción de fructosa, y donde estas fracciones son repetidas para cada tiempo de suministro, sin ninguna otra fracción.

15 9.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el grado de pureza de la fracción de fructosa recogida no es menor de aproximadamente 95%.

20 10.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el grado de pureza de la fracción de glucosa recogida no es menor de aproximadamente 95%.

25 11.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes donde el tamaño medio de glóbulos de la resina está comprendido entre 0,15

2.8.73

- 13 -

10 APR

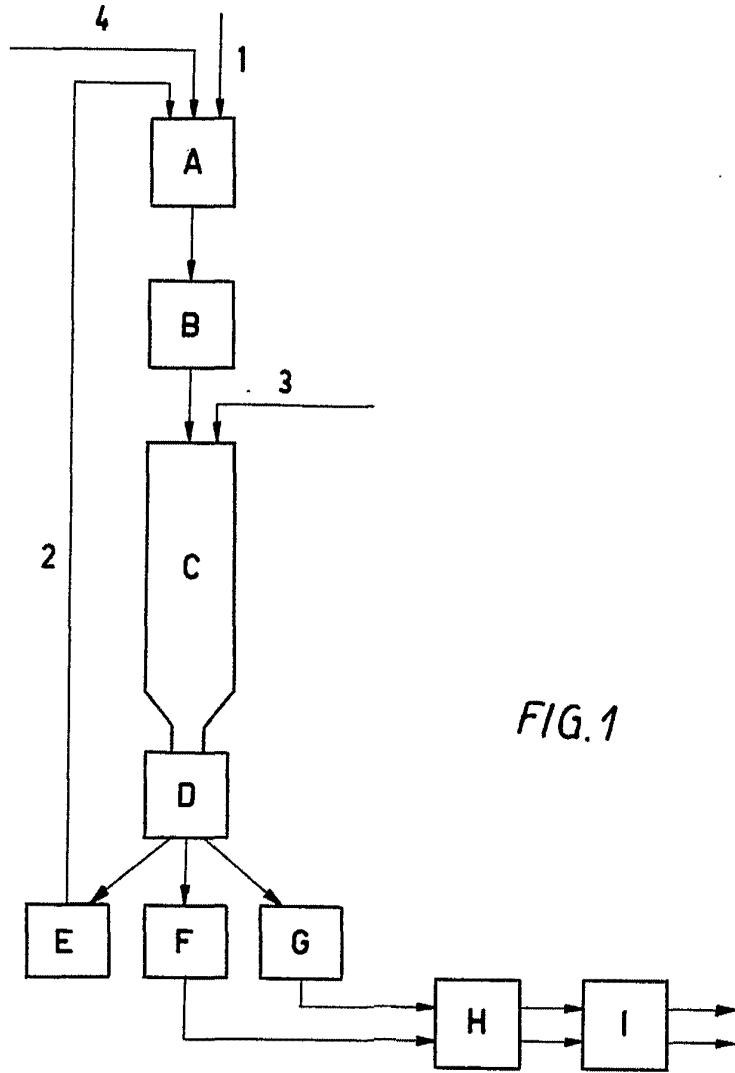


FIG. 1

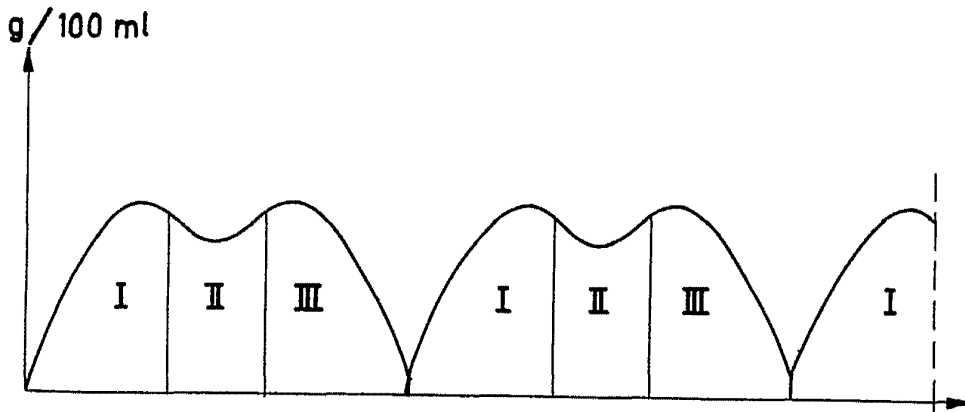


FIG. 2

Alberto de la Cruz
Pat. Polon.