

(19) **KG** (11) **140** (13) **C2**

ГОСУДАРСТВЕННОЕ АГЕНТСТВО
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
ПРИ ПРАВИТЕЛЬСТВЕ КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ (КЫРГЫЗПАТЕНТ)

(51)⁶ **C07C 227/00, 229/00;**
C13J 1/06

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

к патенту Кыргызской Республики

(10) 1189334

(21) 3351601/SU

(22) 13.10.1981

(31) 125991

(32) 29.02.1980

(33) FI

(46) 01.10.1996, Бюл. №2, 1997

(86) PCT/FI 81/00014 (26.02.1981)

(71)(73) Суомен Сокери Осакейхтие, FI

(72) Хекки Олави Хейккиля, Яакко Аско Мелая, Дан Эрнст Дэвид Миллнер, Юко Йоханнес Виртанен, FI

(56) 1. Патент США №2586295, кл. 260-501, 13, 19.02.52

2. Патент СССР №445270, кл. C07C 101/12, 1971

(54) Способ получения бетаина

(57) Способ получения бетаина из мелассы путем пропускания ее через катионообменную смолу и обработки водой, отличающийся тем, что, с целью упрощения процесса, мелассу предварительно разбавляют водой до содержания в ней твердых частиц 35.5-40 %, подвергают хроматографии при 60-85°C введением ее с равномерным распределением по поверхности смолы в верхней части колонки, заполненной катионообменной смолой и водой, используя в качестве смолы Na⁺ соль полистиролсульфоната, соединенную с 3.5-6.5 мас. % дивинилбензола, со средним размером частиц 0.23-0.45 мм, в качестве элюента воду, и выделением кристаллического бетаина из раствора бетаина концентрированием последнего до содержания твердых частиц 76-80 мас. % затравливанием кристаллами бетаина, кристаллизацией при 75-95°C в вакууме 100-200 мбар и возвращением маточника в разбавленный раствор мелассы, последующей перекристаллизацией полученных безводных кристаллов бетаина.

Изобретение относится к усовершенствованному способу получения бетаина путем выделения его из мелассы.

Бетаин - важный компонент мелассы (черной патоки), используется в животных кормах.

Известен способ получения азоторганических соединений, в частности бетаина,

путем пропускания мелассы через сильный катионообменник, промыванием обменника после его освобождения от остаточного раствора и десорбцией бетаина пропусканием разбавленного аммиачного раствора через слой смолы [1].

Наиболее близким к данному является способ получения солянокислого бетаина из раствора мелассы пропусканием его через катионит (КУ-2) в H^+ форме, отмывкой катионита от сахара дистиллированной водой и обработкой 4 %-ным раствором аммиака с последующим кипячением элюата бетаина (для удаления свободного аммиака). Далее бетаин очищают добавлением известкового молока и обработкой углекислым газом до pH 7.2 с последующим осветлением фильтрата активированным углем и обработкой газообразным HCl . При этом получают солянокислый бетаин с выходом 81.1 % от содержания его в элюате [2].

Недостатком указанного способа является сложность получения целевого продукта, так, элюирование бетаина из катионообменной смолы проводят раствором аммиака. Способ состоит из нескольких стадий и требует использования химикатов.

Цель изобретения - упрощение процесса получения бетаина из мелассы.

Поставленная цель достигается способом, который заключается в том, что мелассу предварительно разбавляют водой до содержания в ней твердых частиц 35.5-40 %, подвергают хроматографии при 60-85°C введением ее с равномерным распределением по поверхности смолы в верхней части колонки, заполненной катионообменной смолой и водой, используя в качестве смолы Na^+ соль полистиролсульфоната, соединенную с 3.5-6.5 мас. % дивинилбензола, со средним размером частиц 0.23-0.45 мм, в качестве элюента воду, и выделяют кристаллический бетаин из раствора бетаина концентрированием последнего до содержания твердых частиц 76-80 мас. % затравливанием кристаллами бетаина, кристаллизацией при 75-95°C в вакууме 100-200 мбар и возвращением маточника в разбавленный раствор мелассы, последующей перекристаллизацией полученных безводных кристаллов бетаина.

Данный способ заключается в том, что бетаин выделяют из сахара и не сахара мелассы с помощью хроматографического процесса. Разбавленную мелассу направляют в хроматографическую колонну. При элюировании разбавленной мелассы из колонны вместе с водой в качестве элюата образуется сначала отработанная фракция, не содержащая сахара, вторая фракция, содержащая значительное количество сахара в сырье, и третья бетаиновая фракция, которая элюирует в хвостовой части после сахарной фракции и содержит высокий процент бетаина в сырье, достигая 80 % или более на сухой вес. Из указанной бетаиновой фракции бетаин можно выделить путем кристаллизации или получить в виде гидрохлорида.

Подходящим сырьем для производства бетаина является меласса сахарной свеклы, в которой обычно содержится 3-8 % бетаина на сухой вес. Остальные мелассы из процесса обессахаривания и барда из процесса брожения отличаются высоким содержанием бетаина и также являются хорошим сырьем.

Бетаиновый гидрохлорид, который используется в фармацевтической промышленности, получают из богатой бетаином фракции, полученной с помощью данного способа, с использованием эквивалентного количества соляной кислоты.

На фиг. 1-12 схематически дано общее описание способа.

Согласно фиг. 1 и в соответствии со способом мелассу, содержащую бетаин, разбавляют до содержания твердого вещества порядка 35-40 % и направляют в промышленную хроматографическую колонну. Колонна содержит сильную катионообменную смолу в виде соли щелочного металла (наиболее экономичным является натрий). Слой смолы до подачи в колонну разбавленной мелассы заливают водой. После загрузки мелассы колонну элюируют с помощью воды при 60-85°C и элюат собирают в виде нескольких фракций.

Смолой, используемой в колонне, предпочтительно является соль щелочного металла сульфированной полистирольной обменной смолы, сшитой 3.5-6.5 вес. %

дивинилбензола (ДВБ). Эта смола характеризуется равномерным размером частиц и имеет средний диаметр шариков 0.23-0.45 мм. Высота слоя смолы 2.5-10 м. Скорость подачи сырья 0.5-2 м³/ч/м² поперечного сечения колонны со смолой. Сырье - бетаинсодержащая меласса, остаточная меласса, или барда, которую разбавляют водой для того, чтобы в ней содержалось 35.5-40 мас. % сухого вещества.

При элюировании с помощью воды из колонны получают в виде элюата первую отработанную фракцию, не содержащую сахара, вторую, сахарсодержащую фракцию и третью фракцию, состоящую главным образом из бетаина. Не содержащие сахара и сахарсодержащие фракции подвергаются дальнейшей обработке для получения сахара и остаточной мелассы.

При использовании загрузочных растворов с относительно низким уровнем содержания сахара во второй, сахарсодержащей фракции могут не содержаться имеющие промышленное значение количества сахара. В таком случае эту фракцию можно использовать в качестве корма для крупного рогатого скота или часть ее или всю вернуть в систему с последующим сырьем. Кроме того, осуществляют последовательные загрузки разбавленной мелассы с заданными интервалами в подаче, сопровождаемые элюированием с помощью воды. После этого при необходимости можно частично перекрывать загрузки. Таким образом, бетаиновую фракцию в колонне из предыдущей загрузки элюируют с использованием разбавленной мелассы из последующей загрузки в качестве элюата. В этом случае последняя фракция из первой загрузки содержит бетаин из первой загрузки вместе с небольшой частью других ингредиентов из второй загрузки. Преимущество этой технологии состоит в том, что проходит меньше времени между загрузками и общее время обработки для данного количества мелассы значительно уменьшается.

Бетаин выделяют из фракции, состоящей в основном из бетаина (бетаиновая фракция на фиг. 1), благодаря первоначальному выпариванию его приблизительно до 76-80 %, предпочтительно до 80 %-ной концентрации по сухому веществу. Раствор затравляют безводными кристаллами бетаина и безводный бетаин кристаллизуют за счет поддержания температуры 75-95°C при вакууме в пределах около 100-200 мбар в ходе кристаллизации. Для осуществления этой стадии процесса пригоден обычный вакуумный кристаллизатор, который применяется в сахарной промышленности. Воду выпаривают, вызывая рост кристаллов. После практического завершения кристаллизации, что соответствует обозначению на фиг. 1 (Кристаллизация 1а) безводные кристаллы бетаина отделяют от маточного раствора центрифугированием. Маточник концентрируют до содержания в нем твердых частиц порядка 76-80 %, затравливают раствор безводными кристаллами бетаина, благодаря кристаллизации в вакуумном кристаллизаторе получают дополнительное количество безводных кристаллов бетаина, как показано и обозначено на фиг. 1 (Кристаллизация 1б). При второй кристаллизации 1б температуру поддерживают на уровне 80-90°C под вакуумом в пределах приблизительно 60-100 мбар.

Время кристаллизации при первой кристаллизации 4-10 ч, при второй кристаллизации необходимо около 6-12 ч. После первой кристаллизации выход бетаина 50-55 %, после второй 40-50 %. Чистота кристаллов при первой кристаллизации 99 % и при второй 98 %. Указанные операции кристаллизации (Кристаллизация 1а и 1б) дают целевой продукт, который может быть представлен как химически чистый готовый бетаин.

Бетаиновый моногидрат фармацевтической чистоты получают путем растворения в воде сырых бетаиновых кристаллов, полученных в ходе кристаллизации 1а и 1б, с целью получения раствора, содержащего приблизительно 60 % твердых частиц, подвергая, таким образом, полученный раствор обесцвечиванию путем обычной фильтрационной обработки с помощью активированного угля, и перекристаллизации бетаина из воды в вакуумном кристаллизаторе при 75-85°C под вакуумом 100-200 мбар. Время кристаллизации в этих условиях 2-4 ч, выход бетаина 50-55 % по отношению ко всему

бетаину, содержащемуся в сырье, а чистота кристаллов превышает 99.8 %. Эта стадия процесса представлена на фиг. 1 (Кристаллизация II).

Чистый бетаин получают также и другим путем. Его можно отделить от мелассы путем хроматографической сепарации на две стадии; сырьевая сепарация (разделения) для сбора богатой бетаином фракции, которую затем разделяют второй раз для получения чистого раствора бетаина. Материальный баланс для двухступенчатого разделения приведен на фиг. 7. Чистота раствора бетаина, который получают из второй сепарации, 90 %. Из этого раствора кристаллизуется бетаин, (см. примеры 7-8).

Изобретение также относится к способу получения бетаина из инвертированной мелассы. При хроматографическом отделении инвертированной мелассы бетаин отделяют от сахара. Инвертированные сахарные моносахариды частично перекрывают бетаин, но при этом можно получить фракцию, богатую бетаином. Из богатой бетаином фракции бетаин выделяют путем обычной ионообменной обработки.

Схема получения бетаина из инвертированной мелассы показана на фиг. 10.

На фиг. 11 изображено хроматографическое отделение инвертированной мелассы.

В соответствии с предлагаемым способом мелассу инвертируют с помощью кислотной или ферментной обработки. Инвертированную мелассу подвергают хроматографической операции, как указано. Фракцию, богатую бетаином, в которой содержится часть инвертированных сахарных моносахаридов, выделяют и подвергают ионообменной обработке в соответствии с известными методами. Инвертированную сахарную фракцию из ионообменной колонны объединяют с сахарной фракцией из хроматографической сепарации. Бетаин элюируют из ионообменной колонны с помощью разбавленного аммиака или другого подходящего растворителя для элюирования. Из нейтрализованного таким образом раствора бетаин кристаллизуется в виде безводного бетаина или гидрохлорида бетаина.

Пример 1. Выделение бетаина из мелассы.

Бетаин выделяют из мелассы путем разбавления мелассы и пропускания ее через хроматографическую колонну.

Хроматографическая колонна. Сульфированная полистиролдивинилбензольная катионообменная смола в виде Na 5.5 % ДВБ. Средний диаметр частиц 0.45 мм. Высота слоя 6.1 м и диаметр слоя 2.76 м. Слой вначале полностью находится в воде.

Производительность: $5.85 \text{ м}^3/\text{ч}$ ($0.977 \text{ м}^3/\text{ч}/\text{м}^2$).

Температура: 82°C .

Растворитель для элюирования: вода.

Загрузка: 1455 кг сухого вещества в виде мелассы, разбавленные водой до 39 % сухого веса.

Состав твердых частиц	% на сухой вес:
-----------------------	-----------------

Сахароза	62.2
----------	------

Бетаин	6.9
--------	-----

Другие твердые вещества	30.9
-------------------------	------

Семь отдельных фракций собирают в процессе промышленного разделения, как показано на фиг. 4 и в табл. 1. Состав фракций приведен в табл. 1. Фракция 2 является фракцией-отходом и выводится из процесса для последующего использования в качестве животного корма, фермента или т.п. Фракция 5 представляет собой сахарную фракцию, а фракция 7 - бетаиновую фракцию. Фракции 1, 3, 4 и 6 возвращаются обратно в систему благодаря объединению их с сырой мелассой для дальнейшей переработки.

В выделенной бетаиновой фракции содержится 72 % бетаина на загрузку. Чистота фракции 80.6 % на сухой вес.

Несколько последующих загрузок выполняют с вводом воды в верхнюю часть колонны между каждой загрузкой в качестве растворителя для элюирования. Колонна со смолой все время покрыта жидкостью. Из каждой загрузки бетаин, который элюируют последним в качестве фракции 7, выделяют перед другой фракцией, не содержащей

сахара, из следующей загрузки. Время между загрузками 140 мин.

Пример 2. Получение безводного бетаина и моногидрата бетаина.

Получают безводный бетаин и моногидрат бетаина, материальный баланс процесса приведен на фиг. 2. Мелассу отделяют методом промышленной хроматографии, как указано в примере 1.

Выход бетаина при разделении 75 % бетаина на загрузку, чистота раствора 75 % на сухой вес. Согласно процессу примера 1 проводят последовательные загрузки разбавленной мелассы с последующим разделением, полученные бетаиновые фракции из растворителя для элюирования из каждой последующей загрузки объединяют. В качестве растворителя для элюирования используют воду, время между каждой загрузкой 140 мин. В полученном таким образом разбавленном растворе бетаина в виде комбинированной бетаиновой фракции содержится 4.5 вес. % сухого вещества, этот раствор выпаривают до концентрации 80 вес. %. Полученный таким образом концентрированный раствор затравляют кристаллами бетаина и безводный бетаин подвергают кристаллизации, как в фазе 1а на фиг. 2, при 75-85°C под вакуумом около 100 мбар. Выход кристаллов бетаина 55 %. Чистота кристаллов 99 %. Кристаллизацию проводят в обычном сахарном кристаллизаторе с принудительной циркуляцией. Время кристаллизации 6 ч.

Кристаллы отделяют от маточного раствора путем центрифугирования в обычной центрифуге для сахара. Маточник выпаривают и благодаря кристаллизации при 80-90°C (позиция 1 на фиг. 2) и под вакуумом 60-100 мбар выделяют дополнительное количество кристаллов бетаинового ангидрида. Выход для этой операции кристаллизации 48 % и чистота кристаллов 98 %. Время кристаллизации 8 ч. Маточник второй кристаллизации 16 возвращают в загрузочный раствор.

Для получения моногидрата бетаина фармацевтической чистоты полученные безводные кристаллы бетаина растворяют в воде для получения 60 вес. % раствора твердых частиц, раствор очищают путем обработки с использованием активированного угля с последующей фильтрацией. Из очищенного раствора моногидрат бетаина кристаллизуют при 80°C в кристаллизаторе для сахара (Кристаллизация II). Выход 55 %, чистота кристаллов бетаина почти 100 %. Маточник возвращают обратно в качестве сырья для стадии "Кристаллизация 1а".

Пример 3. Получение кристаллического бетаина.

Материальный баланс производства кристаллического бетаина приведен на фиг. 3.

Мелассу отделяют с помощью промышленной хроматографии аналогично примерам 1 и 2. Проводят последующие загрузки, собранные бетаиновые фракции объединяют. Выход бетаина при фракционировании 80 %, чистота раствора бетаина 80 % на сухой вес, концентрация 4.0 вес. %. Разбавленный раствор бетаина подвергают концентрированию путем выпаривания приблизительно до 80 % твердых частиц, затравляют, безводный бетаин кристаллизуют аналогично примеру 2. Сырые безводные кристаллы бетаина растворяют в воде, раствор подвергают обычному обесцвечиванию и фильтрации. Из очищенного раствора кристаллизуют моногидрат бетаина. Выход 72 кг бетаинового ангидрида и 100 кг моногидрата бетаина (на безводной основе).

Пример 4. Разделение обессахаренной остаточной мелассы.

Бетаин выделяют из обессахаренной остаточной, мелассы путем пропускания ее через хроматографическую колонну.

Колонна. Сульфированная полистирол-дивинилбензольная катионообменная смола в Na⁺-форме. Средний диаметр частиц 0.42 мм. Высота слоя 5.4 м. Диаметр слоя 0.225 м.

Производительность: 0.04 м³/ч (1.007 м³/ч/м²).

Температура: 85°C.

Сырье. Обессахаренная остаточная меласса. Сухое вещество 12 кг в виде 40 вес. % раствора.

Состав твердых частиц, 1 % на сухое вещество;

Сахароза 32.4

Бетаин	9.1
Остальные твердые частицы	58.5

Растворитель для элюирования: вода.

Результат разделения приведен на фиг. 5. На графике представлено положение, когда произведены последовательные загрузки. Несахары (остальные) из следующей загрузки элюируют полностью после бетаина из предыдущей загрузки. Время между загрузками 145 мин в течение этого периода воду непрерывно подают наверх колонны в качестве растворителя для элюирования и в количестве, достаточном для поддержания уровня жидкости над смолой в колонне.

В табл. 2 приведен состав собранных фракций. Фракция 1 является отработанной, а фракции 2 и 4 возвращаются в систему для повышения выхода. Ввиду относительно низкого уровня содержания сахарозы в загрузке сахарную фракцию не получают.

Пример 5. Разделение мелассы.

Мелассу разбавляют до 39.6 % содержания сухих твердых частиц и вводят в верхнюю часть хроматографической колонны.

Колонна: Сульфированная полистирол-дивинилбензольная катионообменная смола в Na^+ -форме. 6.5 % ДВБ. Средний диаметр частиц 0.44 мм. Высота слоя 4.4 м. Диаметр слоя 60 см.

Температура; 81.5°C.

Производительность; 0.246 м³/ч (0.870 м³/ч/м²).

Сырье: меласса, 64 кг сухого вещества в виде 39.6 % водного раствора.

Состав твердых частиц, % на сухое вещество:

Сахароза	66.5
Бетаин	5.3
Остальные твердые частицы	28.2
Растворитель для элюирования:	вода.

Фракционирование показано на фиг. 6. При проведении последующих загрузок несахара последующей загрузки элюируют как раз после бетаина из предыдущей загрузки. Время между загрузками 130 мин. Воду используют в качестве растворителя для элюирования между загрузками, уровень жидкости поддерживают все время над уровнем смолы в колонне.

В табл. 3 показано распределение компонентов на 4 фракции. Фракция 1 представляет собой отработанную фракцию или фракцию "остаточная меласса", 2 - циркуляционную, 3 - сахарную, 4 - бетаиновую.

Пример 6. Разделение барды.

Бетаин выделяют из барды путем хроматографического разделения с последующей кристаллизацией. Барда является побочным продуктом брожения, который содержит большие количества бетаина. Разделение проводят на блочной колонне. Условия процесса следующие.

Сырье: 0.1 л разбавленной барды.

Концентрация: 30 г/100 г.

Производительность: 360 мл/ч (0.237 м³/ч/м²).

Смола: Церолит 225, Na - форма, 3.5 % ДВБ.

Высота колонны:	0.83 м
Размер частиц:	0.23 мм.
Температура:	60°C.
Диаметр колонны:	4.4 см.

Состав сырья	% на сухое вещество:
Моносахариды	10.1
Олигосахариды	4.8
Бетаин	14.0

Остальные 71.4

Время между двумя последующими загрузками 135 мин. Между загрузками в качестве растворителя для элюирования используют воду. Из растворителя для элюирования собраны фракции, как показано в табл. 4.

Объем загрузки 10.4 кг сухого вещества $\text{м}^3/\text{ч}/\text{м}^3$ смолы. Разделение изображено графически на фиг. 7. Из бетаиновой фракции (фракции 4) бетаин получают путем кристаллизации по аналогии с примерами 2 и 3. Общий выход повышен благодаря рециркуляции, как в примере 1, свыше 80 % бетаина в загрузке.

Пример 7. Получение бетаина, два разделения.

Бетаин получают из мелассы путем двухступенчатого разделения: первичного разделения для повышения количества бетаина в растворе и вторичного разделения для получения чистого раствора бетаина. Хроматографические разделения проводят аналогично примеру 1. Условия при первичном разделении, операция 1, следующие.

Сырье: 2510 л мелассы.

Концентрация загрузки: 39.9 г твердых частиц/100 г.

Температура разделения: 82°C.

Производительность: 5.49 $\text{м}^3/\text{ч}$ (0.918 $\text{м}^3/\text{ч}/\text{м}^2$).

Смола: Дуолит С 20, Na^+ -форма, 6.5 % ДВБ.

Высота слоя: 6.1 м.

Размер частиц: 0.45 мм.

Диаметр слоя: 276 см.

Время между загрузками: 105 мин.

Состав загрузки:

Моносахариды	0.3
Дисахариды	62.4
Бетаин	10.6
Остальное	26.7

Осуществляют несколько последующих загрузок с элюированием между загрузками воды. Время между загрузками 105 мин выбирают таким образом, что бетаиновая фракция элюирует из колонны в течение начальных стадий следующей загрузки. Таким образом, бетаиновую фракцию, обычно собранную в качестве последней фракции, собирают в качестве первой фракции следующих рядов собранных фракций. Все загрузки одинаковые и условия в ходе последовательных опытов поддерживаются без изменения.

Результат первичного разделения. Сепарация 1 с фиг. 8 показана на фиг. 9. Растворитель для элюирования собирают в виде шести фракций, композиция которого приведена в табл. 5.

Объем загрузки 21.9 кг сухого вещества $\text{м}^3/\text{ч}/\text{м}^3$. После нескольких разделений фракции, богатые бетаином (фракция 1), объединяют для получения сырьевого раствора второго фракционирования. Разделение 2 (фиг. 8). Фракции 2, 4 и 6 подвергают рециркуляции. Объединенный раствор выпаривают до концентрации 39.7 %. Можно использовать диапазон концентраций порядка 35-40 %. Фракция 3 исключена как отработанная, в то время как в качестве сахарной получена фракция 5.

Условия во вторичном фракционировании.

Загрузка: 3000 л концентрацией 39.7 г/100 г.

Температура разделения: 75°C.

Производительность: 5.4 $\text{м}^3/\text{ч}$ (0.903 $\text{м}^3/\text{ч}/\text{м}^2$).

Смола: Дуолит С 20, Na^+ -форма, 6.5 % ДВБ.

Высота слоя: 6.2 м.

Размер частиц: 0.45 мм.

Диаметр слоя: 276 см.

Время между загрузками: 180 мин.

Результат фракционирования приведен на фиг. 10. Четыре фракции взяты, как показано в табл. 6.

Объем загрузки 12.5 кг сухого вещества $\text{м}^3/\text{ч}/\text{м}^3$. Бетаиновая фракция (фракция 3) содержит приблизительно 95 % сухого вещества бетаина. Бетаин получают из бетаиновой фракции путем кристаллизации, как указано в примере 8, фракция 1 отброшена, а 2 и 4 возвращены в систему в следующей партии. Конечный слив после кристаллизации также возвращают в сырье перед стадией вторичной сепарации (фиг. 8).

Пример 8. Кристаллизация моногидрата бетаина.

Мелассу подвергают разделению путем промышленной хроматографии за две стадии, как указано в примере 7. В процессе двухступенчатого фракционирования выход бетаина 86 %, а чистота раствора бетаина 90 %. Разбавленный раствор бетаина выпаривают до 76 %-ной вес. % концентрации. Концентрированный раствор затравляют кристаллами моногидрата бетаина, моногидрат бетаина кристаллизуют при 80-85°C под вакуумом порядка 130-180 мбар. Выход кристаллов бетаина 55 % (на сухой основе), а чистота кристаллов 99.5 %. Время кристаллизации раствора центрифугированием в обычной центрифуге для сахара. Из маточника по аналогии с примером 2 кристаллизуют безводный бетаин. Маточник возвращают на сепарацию, как показано на схеме фиг. 8. Общий выход бетаина 84.7 %.

Пример 9. Кристаллизация безводного бетаина.

По аналогии с примером 7 получают раствор бетаина 90 %-ной чистоты. Раствор выпаривают до 79 %-ной концентрации и затравляют безводными кристаллами бетаина. Безводный бетаин кристаллизуют при 90-95°C под вакуумом 170-200 мбар. Выход 55 %, чистота кристаллов 99 %. Время кристаллизации 6 ч. Оттеки обрабатывают по аналогии с примером 8.

Пример 10. Хроматографическое разделение инвертированной мелассы.

Колонка со смолой. Сульфированная полистиролдивинилбензольная катионообменная смола в Na^+ - форме. Содержание дивинилбензола 6.5 %. Средний диаметр частиц 0.42 мм. Высота слоя 5.2 м, диаметр колонки 0.226 мм. Смола полностью покрыта водой.

Растворитель для элюирования: вода.

Производительность: $0.880 \text{ м}^3/\text{ч}/\text{м}^2$.

Температура: 78°C.

Загрузочный раствор: ферментативно инвертированная меласса. Общее количество 13.2 кг сухого вещества в виде 35.5 вес. % раствора.

Состав:

Моносахариды (инвертированный сахар) 70 % на сухое вещество

Ди- и высшие

сахариды 3.6 %

Бетаин 5.7 %

Остальное 20.7 %

Хроматографическое разделение проводят, как описано выше. Из растворителя для элюирования собирают 5 фракций. Их состав приведен в табл. 7, а разделение графически изображено на фиг. 12.

Фракция 1 является отработанной фракцией, фракции 2 и 5 циркулируют в системе, а 3 и 4 собирают в качестве готовых фракций. В бетаиновой фракции содержится 85 % бетаина, присутствующего в сырье (фракция 4).

Бетаиновая фракция направляется в ионообменную колонну, где происходит абсорбирование бетаина, в то время как сахар не абсорбируется. Элюируемый сахарный раствор объединяется с готовой сахарной фракцией (фракция 3) из хроматографической сепарации. Ионообменник затем элюируют с помощью разбавленного аммиачного раствора для получения абсорбированного бетаина. Из элюированного раствора бетаин

кристаллизуют в виде безводного бетаина.

Фракция 4 представляет собой бетаиновую фракцию, а фракция 3 - инвертированную сахарную. В бетаиновой фракции содержится 14.1 % бетаина и 85 % инвертированного сахара, но лишь следы другого вещества. При ионообменной обработке богатой бетаином фракции получают очищенный бетаин.

Формула изобретения

Способ получения бетаина из мелассы путем пропускания ее через катионообменную смолу и обработки водой, отличающийся тем, что, с целью упрощения процесса, мелассу предварительно разбавляют водой до содержания в ней твердых частиц 35.5 - 40 %, подвергают хроматографии при 60 - 85°C введением ее с равномерным распределением по поверхности смолы в верхней части колонки, заполненной катионообменной смолой и водой, используя в качестве смолы Na⁺ соль полистиролсульфоната, соединенную с 3.5 - 6.5 мас. % дивинилбензола, со средним размером частиц 0.23 - 0.45 мм, в качестве элюента воду, и выделением кристаллического бетаина из раствора бетаина концентрированием последнего до содержания твердых частиц 76 - 80 мас.% затравливанием кристаллами бетаина, кристаллизацией при 75 - 95°C в вакууме 100 - 200 мбар и возвращением маточника в разбавленный раствор мелассы, последующей перекристаллизацией полученных безводных кристаллов бетаина.

Таблица 1

Показатели	Фракции						
	1	2	3	4	5	6	7
Время, мин	0-17	17-65	-72	-80	-115	-120	-140
Общая концентрация твердых частиц г/ 100 г	3.1	6.6	13.1	15.5	20.0	5.5	4.6
Состав твердого вещества, вес. % на сухой вес:							
Сахароза	1.1	20.1	55.0	64.6	92.0	58.3	5.6
Бетаин	12.5	0.4	0	0	1.2	37.6	80.6
Остальное	86.4	79.5	45.0	35.4	6.8	4.1	13.8

Таблица 2

Показатели	Фракции			
	1	2	3	4
Время, мин	10-115	-125	-153	-155
Общее содержание твердых частиц, г/ 100 г	14.1	9.0	5.1	3.5
Состав твердых частиц, вес. % на сухое вещество				
Сахароза	34.6	33.5	8.8	0
Бетаин	1.5	29.7	76.0	60.1
Остальное	63.9	36.8	15.2	39.9

Таблица 3

Показатели	Фракции			
	1	2	3	4
Время, мин	5-60	60-80	-105	-135
Общее содержание твердых частиц, г/ 100 г	6.1	18.7	26.1	3.2
Состав твердых частиц, вес. % на сухое вещество				
Сахароза	30.4	67.4	90.9	8.9
Бетаин	1.1	0	0	81.3
Остальное	68.5	32.7	9.1	9.8

Таблица 4

Показатели	Фракции			
	1	2	3	4
Время, мин	0-10	10.0-117.5	-120	-135
Общее содержание частиц, г/ 100 г	1.7	4.0	5.5	3.5
Состав фракций, %				
Моносахариды	8.6	8.9	29.9	15.5
Бетаин	42.4	3.9	62.8	75.5
Олигосахариды и остальное	49.0	87.2	7.3	9.0

Таблица 5

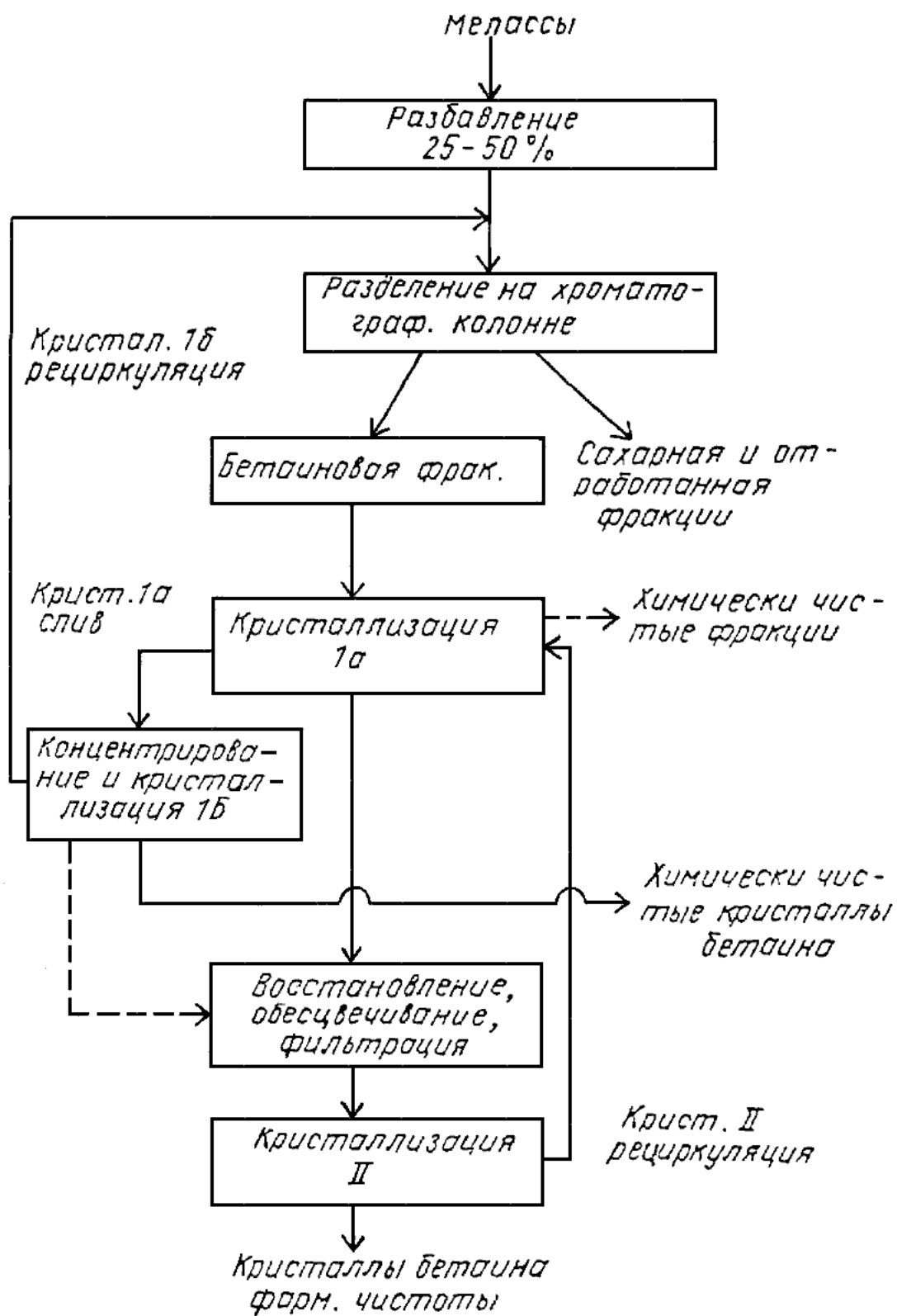
Показатели	Фракции					
	1	2	3	4	5	6
Время, мин	0-25	25-35	-52.5	-74.5	-102.5	-105
Общая концентрация твердых частиц, г/ 100 г	7.8	7.8	9.9	15.6	22.2	9.4
Состав фракций, % на сухое вещество						
Моносахариды	1.9	00	00	00	00	00
Дисахариды	7.3	8.9	37.4	61.5	92.0	70.3
Бетаин	59.6	32.6	2.8	00	1.0	17.7
Остальные	31.2	58.5	59.8	38.5	7.0	12.0

Таблица 6

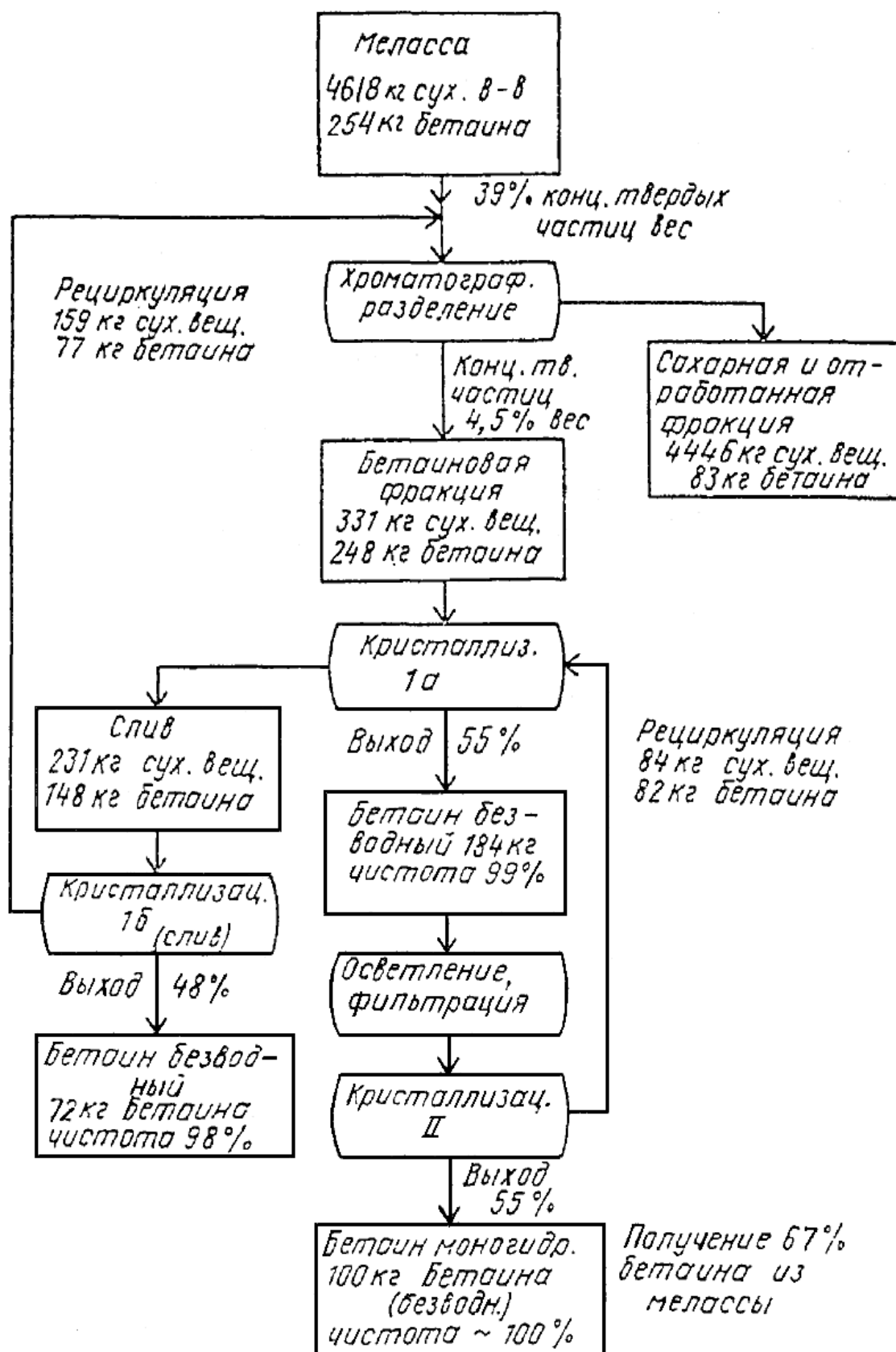
Показатели	Фракции			
	1	2	3	4
Время, мин	0-95	95-105	-179	-180
Общее содержание твердых частиц, г/ 100 г	6.1	4.6	11.9	3.9
Состав фракций, % на сухое вещество				
Моносахариды	1.1	20.6	3.2	00
Дисахариды	32.0	17.1	0.1	00
Бетаин	2.5	57.4	94.9	87.0
Остальные	64.4	4.9	1.8	13.0

Таблица 7

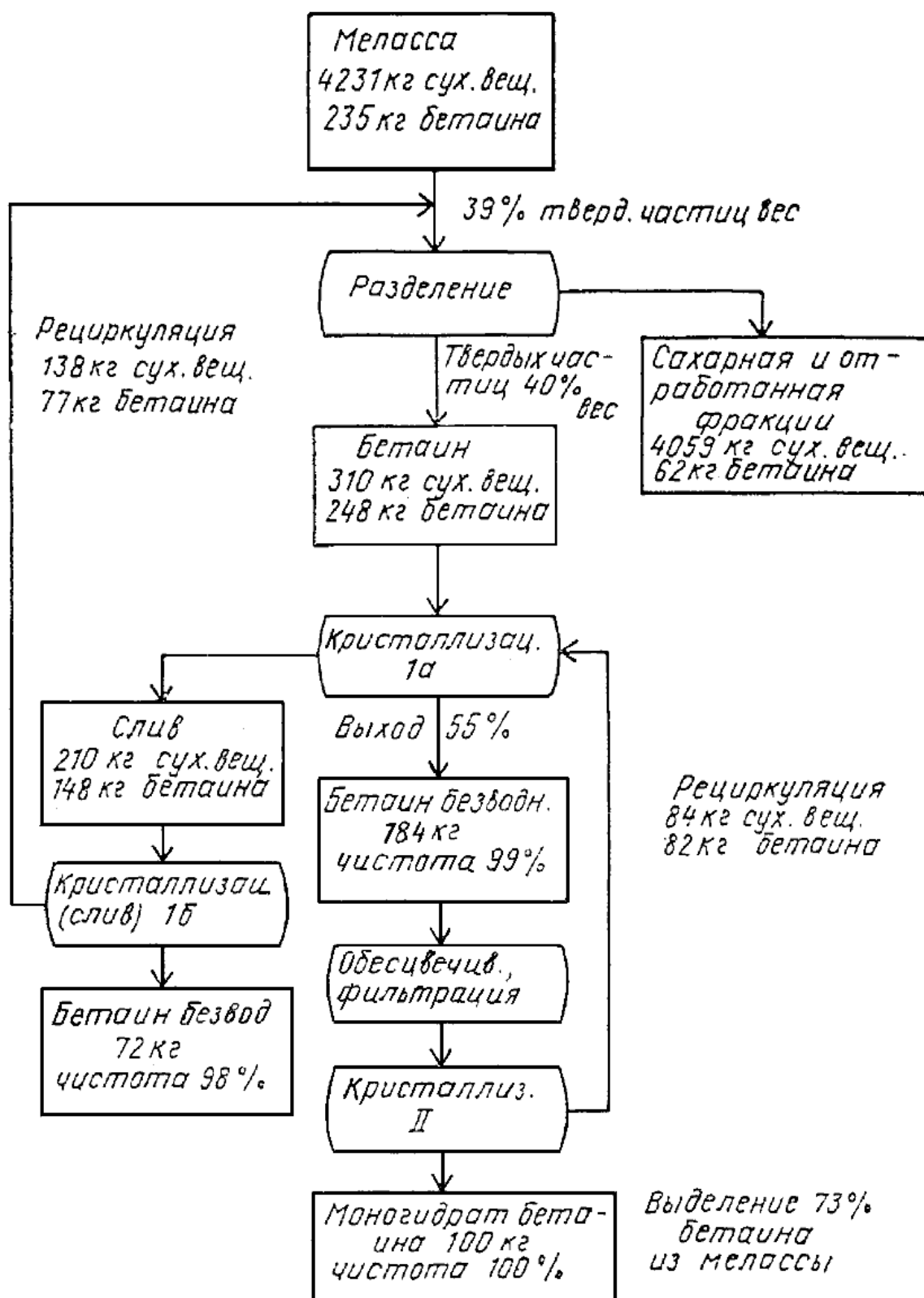
Показатели	Фракции				
	1	2	3	4	5
Время, мин	0-65	-75	-105	-145	-155
Общее содержание твердых частиц, кг	2.7	1.0	4.8	4.5	0.1
Концентрация г/ 100 г	7.4	16.2	25.0	18.0	2.3
Фракционный состав, % на сухой вес					
Моносахариды (инвертированный сахар)	12.1	58.4	92.3	85.0	5.2
Ди- и выше сахариды	10.5	8.0	2.5	0.0	0.0
Бетаин	0.0	0.0	1.1	14.1	40.0
Остальное	77.4	33.6	4.1	0.0	54.4



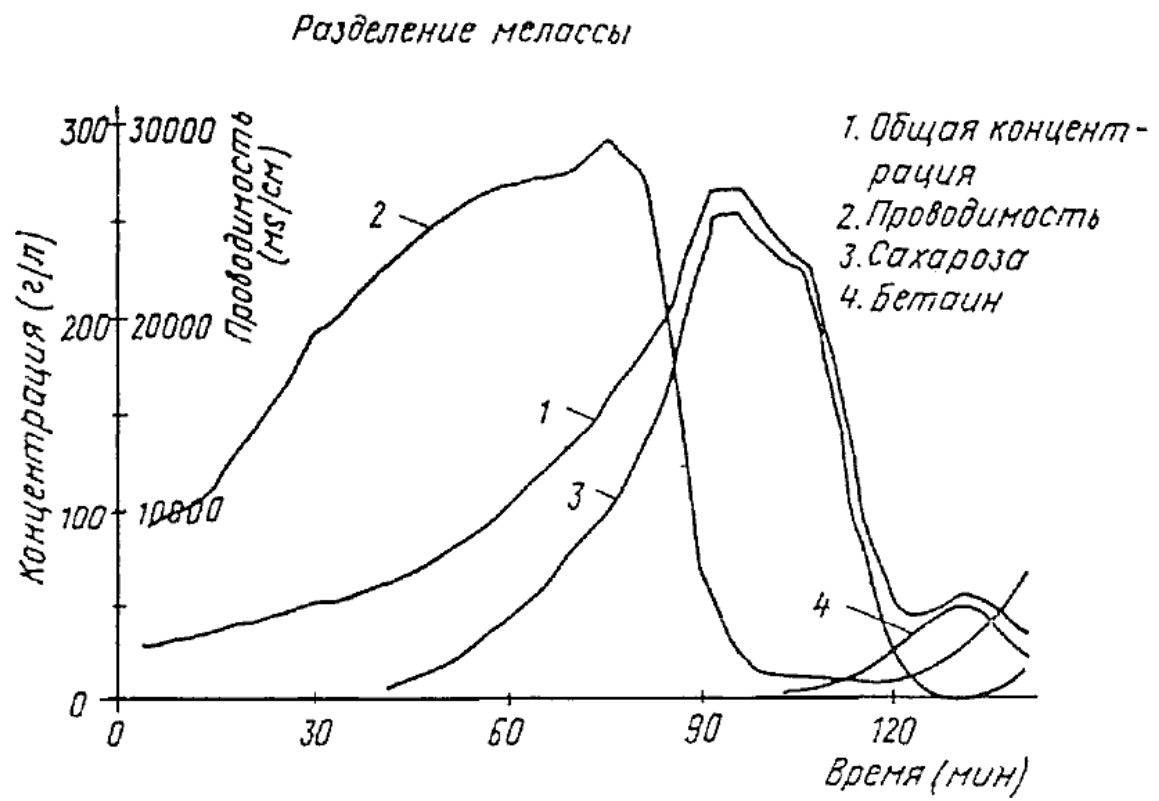
Фиг. 1



Фиг. 2

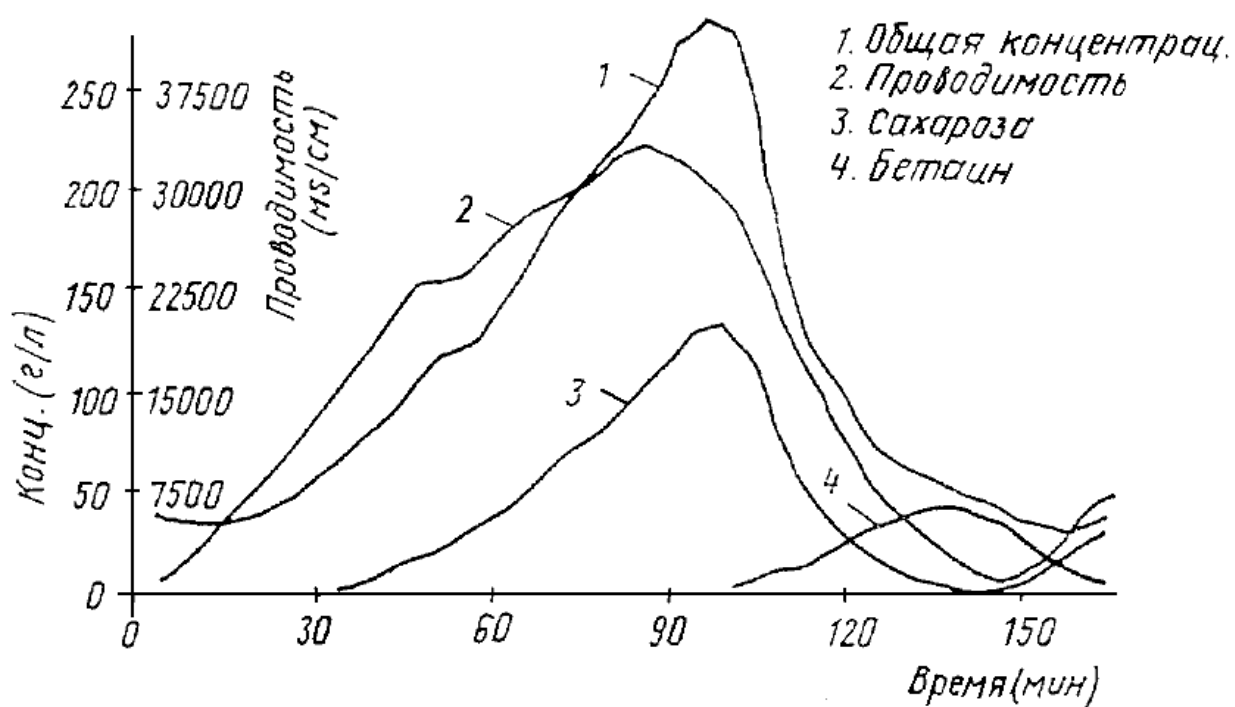


Фиг. 3



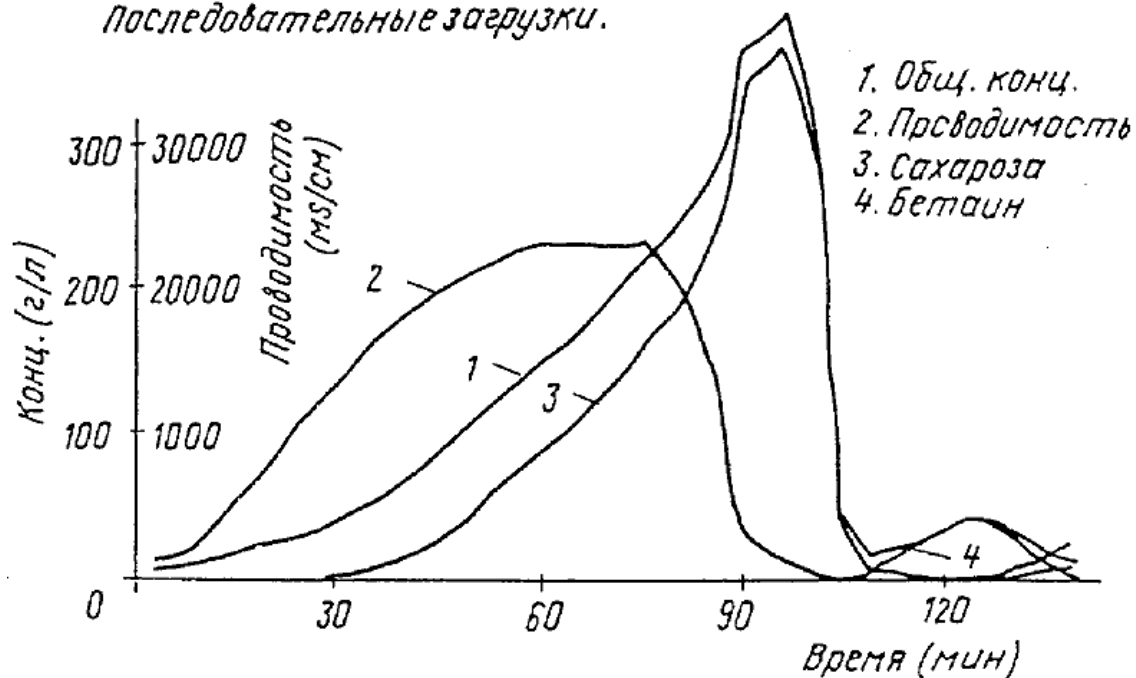
Фиг. 4

Разделение остаточной мелассы



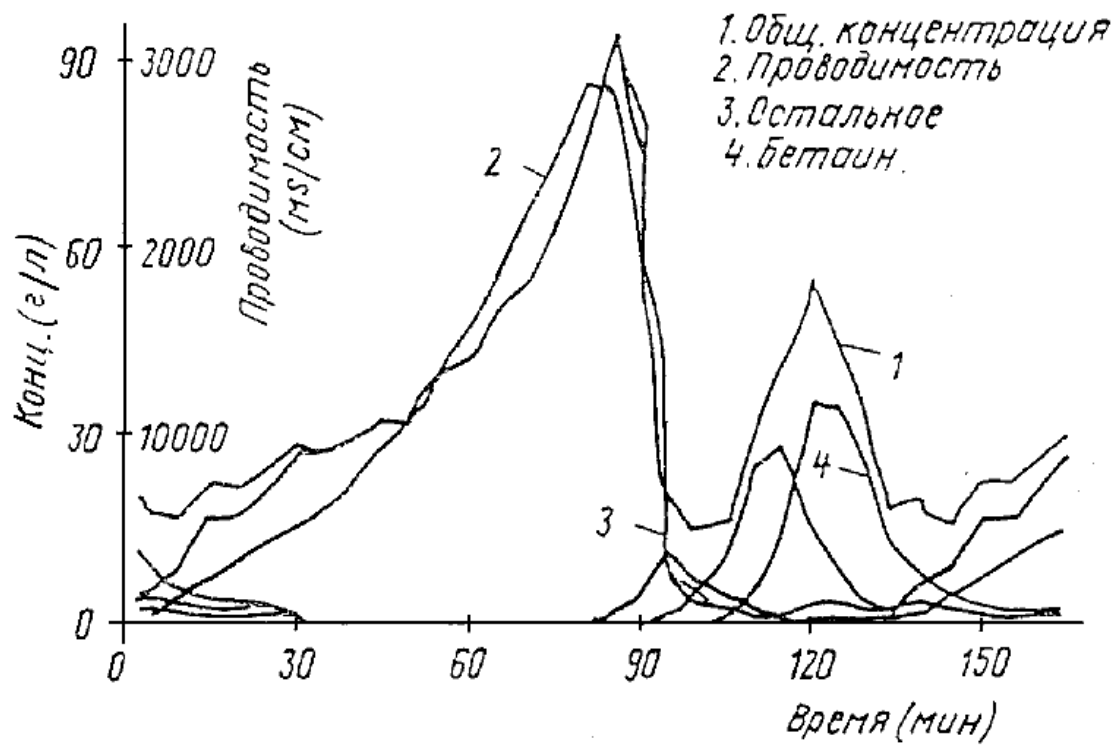
Фиг. 5

Разделение мелассы. Последовательные загрузки.

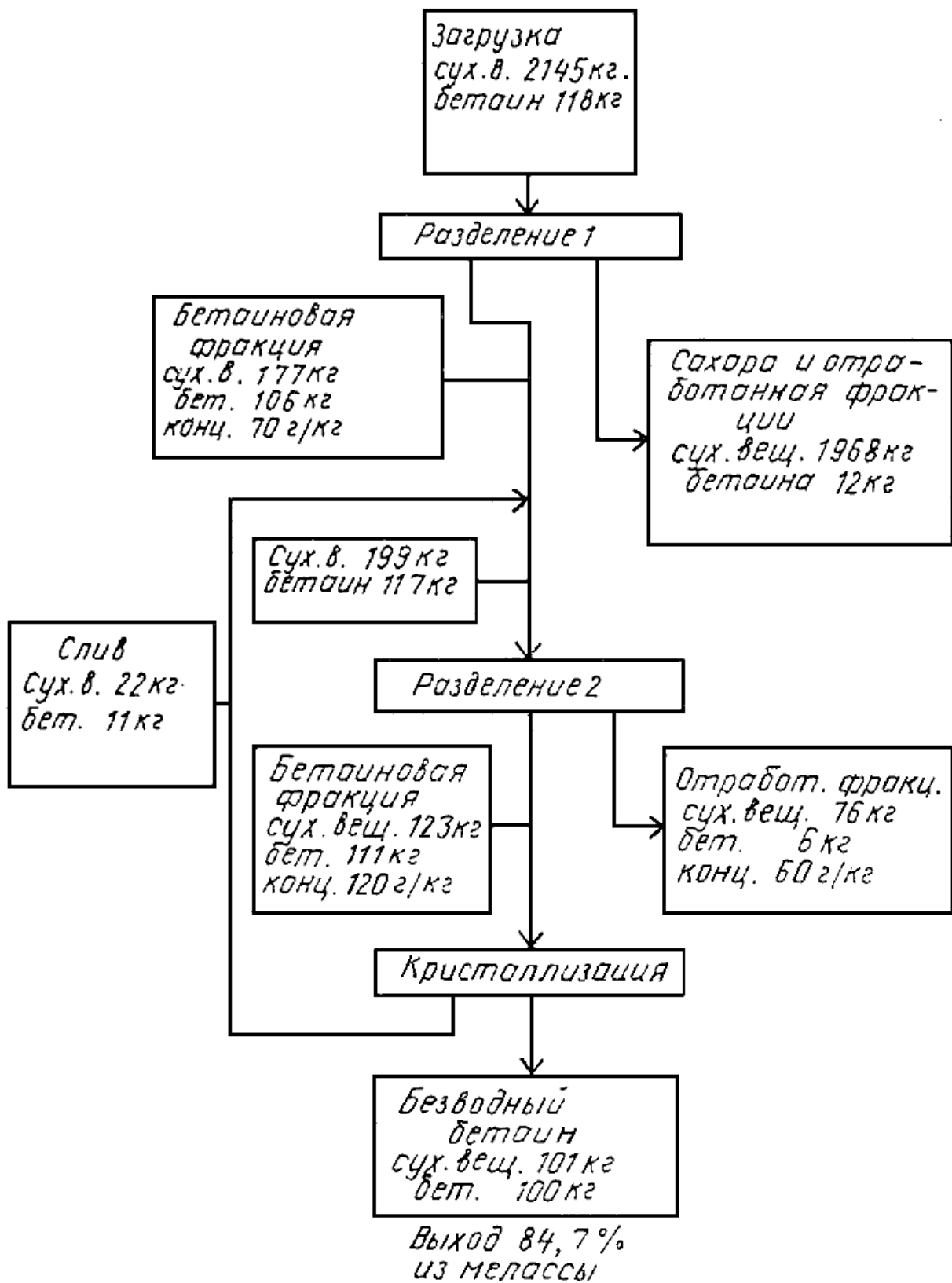


Фиг. 6

Разделение барды

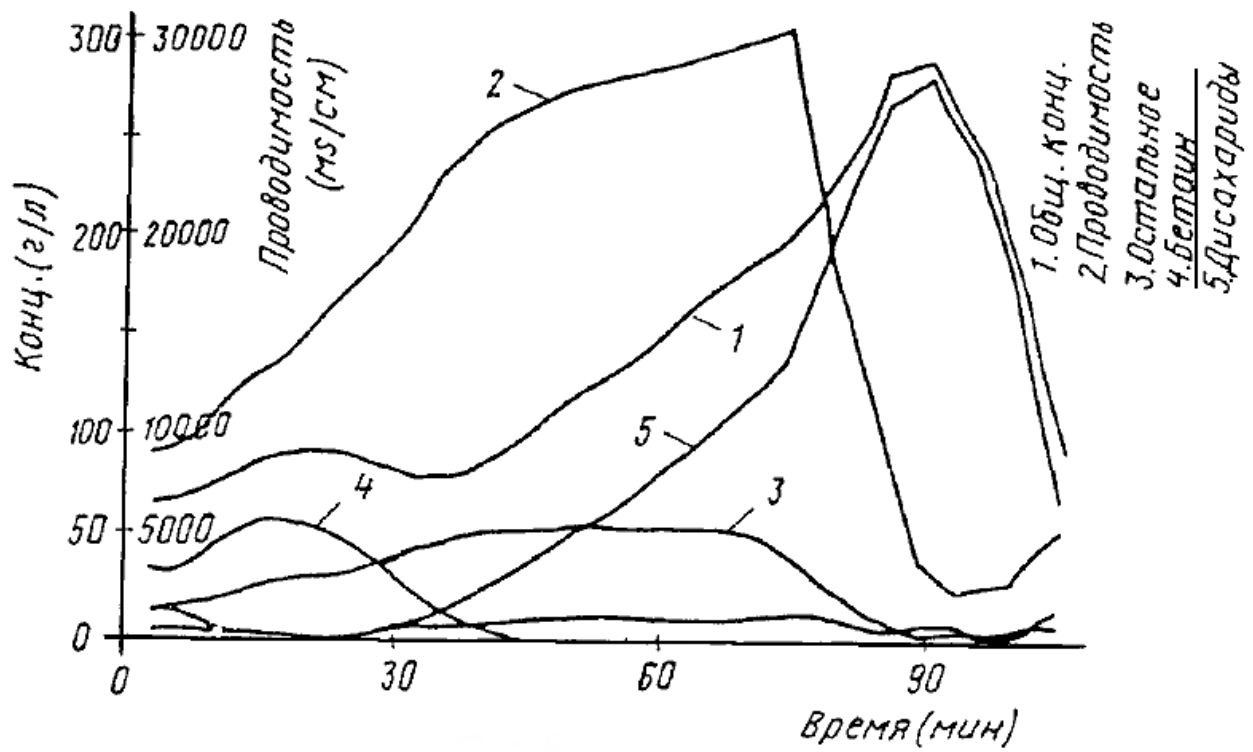


Фиг. 7



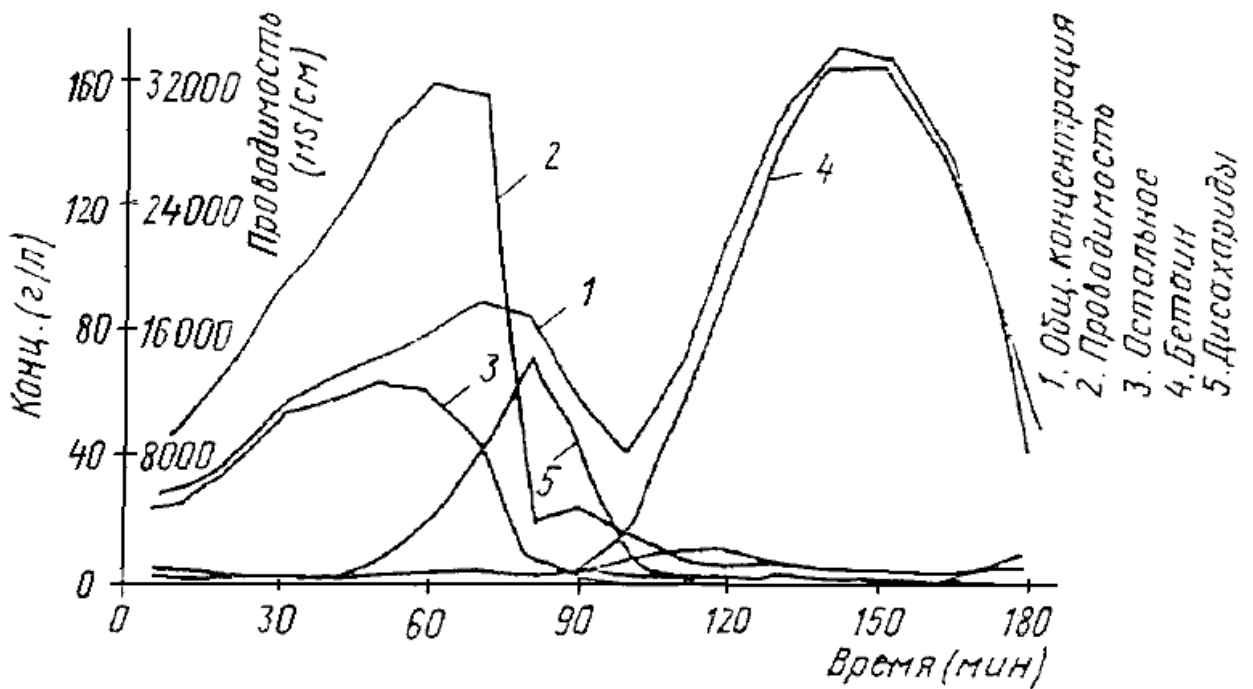
Фиг. 8

Операция I. Разделение мелассы

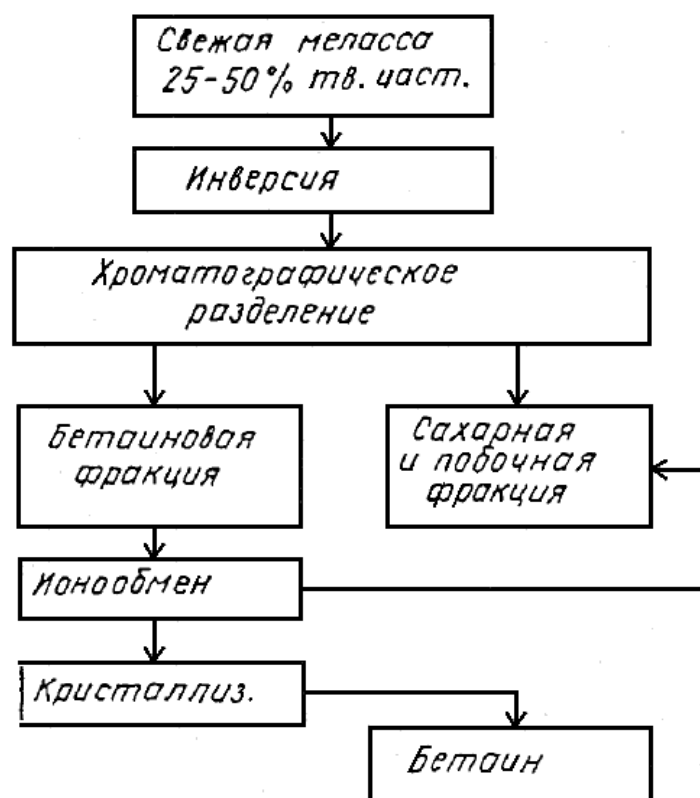


Фиг. 9

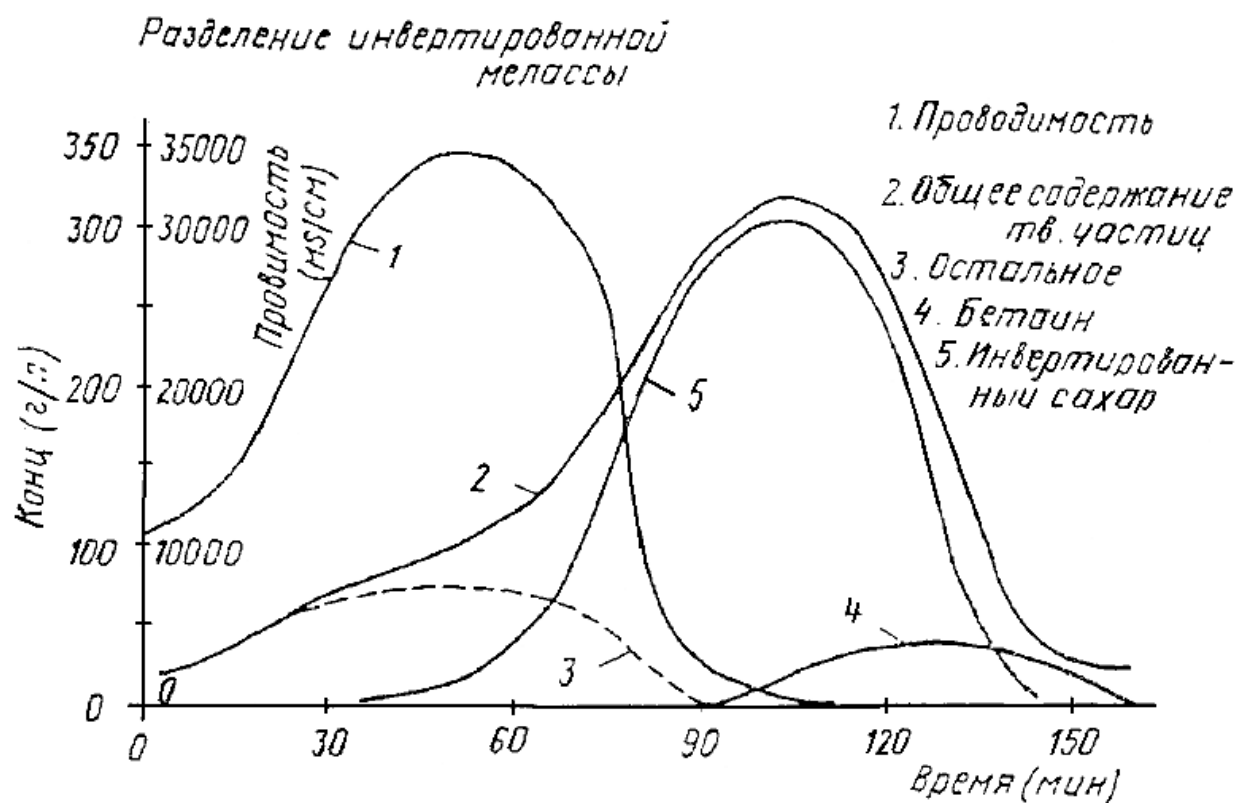
Операция II. Разделение бетаина



Фиг. 10



Фиг. 11



Фиг. 12

Ответственный за выпуск

Ногай С.А.