



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

⑪ Número de publicación: **2 250 633**

⑤① Int. Cl.?: **C07H 1/06**
C07H 3/02
B01D 15/04

⑫

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

⑧⑥ Número de solicitud europea: **02718541 .2**

⑧⑥ Fecha de presentación : **11.04.2002**

⑧⑦ Número de publicación de la solicitud: **1384724**

⑧⑦ Fecha de publicación de la solicitud: **28.01.2004**

⑤④ Título: **Método de desalación de solución de azúcar y cambiador de iones.**

③⑩ Prioridad: **12.04.2001 JP 2001150121**
12.04.2001 JP 2001150122

④⑤ Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.04.2006

④⑤ Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.04.2006

⑦③ Titular/es: **TOWA CHEMICAL INDUSTRY Co., Ltd.**
8-7, Yeasu 2-chome
Chuo-ku, Tokyo 104-0028, JP

⑦② Inventor/es: **Komiya, Shinichi**

⑦④ Agente: **Cañadell Isern, Roberto**

ES 2 250 633 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

ES 2 250 633 T3

DESCRIPCIÓN

Método de desalación de solución de azúcar y cambiador de iones.

5 La presente invención se refiere a un método para la desalación de una solución de sacárido y a un cambiador de aniones. Más específicamente, la presente invención se refiere a un método para la desalación de sacáridos o sacáridos hidrogenados y a un cambiador de aniones que se utiliza para desalar los sacáridos o los sacáridos hidrogenados.

10 En diversos sacáridos obtenidos sometiendo a un tratamiento de hidrólisis el material de partida, como el almidón, xilano, mannan, o suero lácteo, utilizando enzimas o ácidos según las necesidades, y en híbridos de sacáridos obtenidos por hidrogenación de los mismos sacáridos obtenidos, se encuentran varios tipos de sales y de iones derivados de reactivos y catalizadores utilizados en cada proceso, subproductos producidos en cada proceso, etc. Por consiguiente, es fundamental un proceso de refinación para eliminar los iones con el fin de obtener productos de diversos sacáridos o sacáridos hidrogenados a partir del material de partida.

15 Hasta la fecha, se ha adoptado en general algún método que utiliza una resina cambiadora de iones para eliminar los iones contenidos en una solución de sacáridos o de híbridos de los mismos.

20 Sin embargo, cuando el ión se elimina de la solución de sacáridos o híbridos de los mismos, en forma de solución para ser tratado utilizando una resina cambiadora de iones convencionales, surgen varios problemas que se deben a que la solución tratada es de color, a que se producen impurezas, toma color la resina cambiadora de iones, la capacidad de desalación de la resina cambiadora de iones disminuye rápidamente y así sucesivamente.

25 El documento US 4 322 523 describe la desalinización de sacáridos utilizando una resina cambiadora de iones como una etapa para convertir D-glucosa en un azúcar C7 de cadena ramificada hasta ahora desconocida. No obstante, este documento no describe el tipo de resina cambiadora de iones utilizada.

30 Höll *et al* (Water Research Vol. 15, 1981, páginas 1027-1037) describe una resina cambiadora de aniones preparada con dióxido de carbono o carbonato cálcico y que lleva iones de bicarbonato. Sin embargo, esta resina cambiadora de aniones sólo se utiliza para desmineralizar agua con un contenido de sal neutro y que contiene materias inorgánicas como impurezas. Por consiguiente, este documento no describe ni sugiere que se pueda utilizar esta resina cambiadora de aniones para desalar una solución que contiene materias orgánicas, como por ejemplo soluciones de sacáridos, y capaz de interactuar con la resina cambiadora de iones.

35 Uno de los objetos de la presente invención es ofrecer un nuevo método para la desalación de una solución de sacáridos en el que no surgen los problemas descritos anteriormente cuando se realiza la desalación de una solución de sacáridos o de híbridos de los mismos y se utiliza un cambiador de iones para realizar el método.

40 El inventor de la presente invención ha puesto todo su entusiasmo en estudiar cómo superar los problemas descritos anteriormente y ha comprobado que una causa de los problemas como: la coloración de la solución tratada, la producción de impurezas, la coloración de la resina cambiadora de iones, la rápida disminución de la capacidad de desalación de la resina cambiadora de iones, y así sucesivamente, durante un proceso de desalación de una solución de sacáridos como solución a tratar, consiste en que una resina cambiadora de aniones de tipo OH, utilizada para la desalación, incrementa localmente el carácter básico de la solución en la proximidad de la misma y causa una reacción desfavorable con respecto a los sacáridos.

45 Es decir que el inventor ha comprobado que los problemas surgen porque diversos sacáridos, cada uno de los cuales tiene un grupo reductor como terminal molecular, como glucosa, xilosa, maltosa, oligosacárido e hidrolizado de almidón, que produce fácilmente reactivos de descomposición, reactivos de isomerización y coloración de materiales en condiciones básicas, están expuestos a una resina cambiadora de iones que tiene un carácter local fuertemente básico en un proceso de desalación.

50 Asimismo se produce una hidrogenación general de los sacáridos, a escala industrial, al tratarlos en presencia de gas hidrógeno y un catalizador. No obstante, resulta difícil realizar de forma completa la hidrogenación de los sacáridos y, tras la reacción de hidrogenación, queda una pequeña cantidad de sacáridos no hidrogenados. Por consiguiente, si se utiliza una resina cambiadora de iones para desalar los sacáridos hidrogenados, habrá que tener en cuenta la existencia de problemas debidos a la producción de reactivos de descomposición, reactivos de isomerización, coloración de material y así sucesivamente, como en la desalación de sacáridos.

60 Si se realiza la desalación de una solución de sacáridos, se utiliza una resina cambiadora de aniones de carácter fuertemente básico de tipo II que tiene una resina cambiadora de aniones de carácter débilmente básico, con el fin de suprimir el efecto desfavorable antes mencionado de la resina cambiadora de aniones sobre los sacáridos. No obstante, estas resinas cambiadoras de iones también aplican localmente un carácter básico a una solución, y por consiguiente no queda superado de forma suficiente el problema relativo al efecto desfavorable los sacáridos. Por lo tanto, estas resinas cambiadoras de iones no pueden suprimir de forma suficiente la producción de reactivos de descomposición, reactivos de isomerización, coloración de material, etc.

El inventor ha supuesto cuáles son las causas del efecto desfavorable antes citado sobre los sacáridos y ha conside-

ES 2 250 633 T3

rado diversas contra-medidas. Seguidamente, el inventor ha encontrado que el problema, es decir que la producción de reactivos de descomposición, reactivos de isomerización, coloración de material, etc. de los sacáridos en un proceso de desalación se puede suprimir en gran medida utilizando un cambiador de aniones de tipo carbonato y/o de tipo carbonato ácido, y todavía mejor una resina cambiadora de aniones, para desalar una solución de sacáridos. Como resultado de ello, el inventor ha suprimido con éxito la producción de impurezas, evitado la coloración de una resina cambiadora de iones, evitado la disminución de la capacidad de desalación de la resina cambiadora de iones y finalmente llevado a cabo la presente invención.

Es decir que los medios para resolver el problema de la presente invención son los siguientes.

En primer lugar, un método para la desalación de una solución de sacáridos caracterizado porque se utiliza un cambiador de aniones de tipo carbonato y/o carbonato ácido;

En segundo lugar, el método según el primer punto, donde la solución de sacáridos es una solución de sacáridos hidrogenados;

En tercer lugar, el método según el segundo punto, donde la solución de sacáridos hidrogenados contiene un no reactivo en una reacción de hidrogenación;

En cuarto lugar, un cambiador de aniones de tipo carbonato y/o carbonato ácido utilizado para la desalación de una solución de sacáridos; y

En quinto lugar, el cambiador de aniones según el punto cuarto, donde la solución de sacáridos es una solución de un sacáridos hidrogenados y contiene un no reactivo en una reacción de hidrogenación.

Como ejemplos de soluciones de sacáridos en la presente invención, se pueden citar las soluciones de diversos monosacáridos que tienen un número de carbonos de cuatro o más, tales como la eritrosa, treosa, ribosa, arabinosa, xilosa, lixosa, allosa, altrosa, glucosa, mannososa, gulosa, idosa galactosa y talosa; los oligosacáridos constan de dos o más monosacáridos que tienen cuatro o más átomos de carbono, como maltosa, lactosa, xilobiosa, malto triosa, xilotriosa, malto tetraosa e isomaltosa; varios oligosacáridos como malto-oligosacárido y xilo-oligosacárido que tienen glucosa o xilosa como unidad constitucional; diversos polisacáridos como dextrina, dextrina de ramificación, ciclodextrina, hidrolizado de almidón, hidrolizado de xilano e hidrolizado de mannan; y un sacárido o mezcla de dos o más sacáridos elegidos dentro de los grupos anteriores;

Las soluciones de sacáridos de la presente invención comprenden las soluciones de híbridos de diversos sacáridos obtenidas por hidrogenación de los sacáridos antes descritos. En particular, se puede utilizar de preferencia una solución de sacáridos que se produce a escala industrial y que contiene en parte un sacárido no hidrogenado.

El cambiador de aniones en la presente invención deberá contener material con capacidad cambiadora de iones y aparte de esto, no hay ninguna limitación. Como ejemplos de este material, se puede citar: membrana cambiadora de iones, fibras cambiadoras de iones y resina cambiadora de iones. Entre estos, la preferida es la resina cambiadora de iones por su sencillez a la hora de preparar un cambiador de iones y de fabricar un equipo cambiador de iones.

En la presente invención, se considera que el carácter básico en las proximidades de un cambiador de aniones queda neutralizado de tal modo que suprime el efecto sobre los sacáridos al hacer que el cambiador de aniones sea un cambiador de aniones de tipo carbonato y/o de tipo carbonato ácido, utilizando un compuesto de carbonato.

Para la presente invención, se puede utilizar un cambiador de aniones de fuerte carácter básico y un cambiador de aniones de débil carácter básico.

No obstante, la solución de sacáridos, como solución que se va a tratar, suele contener un anión acidulado, como un ácido orgánico. Por consiguiente, el cambiador de aniones de fuerte carácter básico es muy preferible en términos de eficacia de un tratamiento con cambio de iones con respecto al anión acidulado y a la estabilidad en el momento de la preparación de un cambiador de aniones de tipo carbonato y/o de carbonato ácido.

El método para utilizar el cambiador de aniones de tipo carbonato y/o de tipo carbonato ácido según la presente invención es ilimitado. Se puede utilizar un método por lotes, en el que se añade directamente un cambiador de aniones a una solución de sacáridos como solución a tratar. También puede realizarse una desalación alimentando de forma continua la solución a través de un equipo cambiador de iones en el que una columna se rellena con un cambiador de iones.

En la presente invención, cuando una solución de sacáridos, como solución a tratar, se pone en contacto con el cambiador de iones según la presente invención, el anión contenido en la solución de sacáridos se permuta por un ión carbonato y/o un ión carbonato ácido en el cambiador de iones. Por lo general, el anión contenido en una solución de sacáridos es un ion acidulado, como un ácido orgánico o un anión fuertemente ácido. Como la acidez del anión es superior a la del ion carbonato y/o ion carbonato ácido, el cambio de iones utilizando el cambiador de iones según la presente invención se puede realizar fácilmente.

ES 2 250 633 T3

Como resultado del cambio de iones antes descrito, existe en la solución tratada un ion carbonato y/o ion carbonato ácido. No obstante, estos iones se pueden eliminar fácilmente como dióxido de carbono gaseoso de la solución de sacáridos, realizando operaciones tales como calentamiento, concentración, despresurización y tratamiento ultrasónico de forma individual o combinando arbitrariamente las operaciones.

La resina cambiadora de aniones de tipo carbonato y/o carbonato ácido utilizada en la presente invención se puede preparar fácilmente alimentando por ejemplo una solución de carbonato y/o carbonato ácido por una columna rellena de una resina cambiadora de aniones comercial de tipo C1, o mezclando la resina cambiadora de aniones de tipo C1 y una solución de carbonato y/o de carbonato ácido.

El tipo de carbonato y/o carbonato ácido utilizado para preparar la resina cambiadora de aniones es ilimitado. No obstante, se prefiere el carbonato sódico o el carbonato sódico ácido debido a la sencillez de su preparación. La concentración y la temperatura de la solución se pueden ajustar arbitrariamente dentro de los límites de la condición general de preparación de una resina cambiadora de aniones. No obstante, si se prepara la resina cambiadora de aniones utilizando una solución de carbonato ácido, la temperatura de la solución es de preferencia 65°C o menos, ya que es posible que se descomponga el ion carbonato ácido.

La resina cambiadora de aniones de tipo carbonato y/o de tipo carbonato ácido se puede preparar utilizando una solución de hidróxido sódico para fabricar una resina cambiadora de aniones de tipo OH y luego introduciendo dióxido de carbono gaseoso en la resina cambiadora de aniones en agua.

El método descrito anteriormente para preparar una resina cambiadora de aniones se puede aplicar como método para preparar los cambiadores de aniones que no sean resina cambiadora de aniones.

Si se utiliza una resina cambiadora de aniones como cambiador de aniones, el ion contenido en la solución de sacáridos se puede eliminar utilizando la resina cambiadora de aniones de tipo carbonato y/o de tipo carbonato ácido sola o utilizando la resina cambiadora de aniones con una resina cambiadora de cationes en un lecho mixto.

Una solución de sacáridos preparada en condiciones normales de preparación puede contener varios cationes. En este caso, los cationes en la solución de sacáridos se eliminan de preferencia de antemano utilizando una resina cambiadora de cationes antes de realizar un proceso de desalación utilizando una resina cambiadora de aniones.

La presente invención se puede realizar efectuando primero unos procesos de refino, como la filtración, el tratamiento con carbón activado y la carbonación antes de realizar la desalación de la solución que se va a tratar utilizando un cambiador de iones.

Utilizando un cambiador de aniones de tipo carbonato y/o carbonato ácido, la producción de reactante de descomposición, reactante de isomerización, coloración de material etc., durante una desalación puede suprimirse en gran parte. Por consiguiente, resulta posible suprimir la producción de impurezas, evitar una coloración de la resina cambiadora de iones y evitar la reducción de la capacidad de desalación de la resina cambiadora de iones.

Seguidamente se darán ejemplos para describir la presente invención de forma detallada. No obstante, los ejemplos no limitan el ámbito técnico de la presente invención.

Ejemplo 1

Preparación 1 de una resina cambiadora de aniones de tipo carbonato cálcico

Se rellenaron en una columna que tenía un diámetro interno de 16 mm, 50 ml de resina cambiadora de aniones fuertemente básica de tipo II (Diaion® producida por Mitsubishi Chemical Corporation: SA20A, tipo C1). Seguidamente, se introdujeron 100 ml de una solución de carbonato sódico ácido de 0,5 mol/L a través de la columna y se lavó suficientemente la resina cambiadora de aniones con agua, con el objeto de preparar una resina cambiadora de aniones de tipo carbonato ácido.

Ejemplo 2

Preparación 2 de una resina cambiadora de aniones de tipo carbonato ácido

Se preparó una resina cambiadora de aniones de tipo carbonato ácido en las mismas condiciones que en el ejemplo 1, con la salvedad de que se utilizó como resina cambiadora de aniones una resina cambiadora de aniones de carácter débilmente básico (Diaion® producida por Mitsubishi Chemical Corporation: WA30, tipo C1).

ES 2 250 633 T3

Ejemplo 3

Preparación 3 de una resina cambiadora de aniones de tipo carbonato ácido

- 5 Se preparó en las mismas condiciones que en el ejemplo 1, una resina cambiadora de aniones de tipo carbonato ácido, con la salvedad de que se utilizó una resina cambiadora de aniones fuerte básica de tipo I (Diaion[®] producida por Mitsubishi Chemical Corporation: SA10A, tipo C1).

Ejemplo de referencia 1

10

Fabricación 1 de un equipo cambiador de iones de lecho mixto

Se fabricó un equipo cambiador de iones de la forma siguiente, con el objeto de utilizar una resina cambiadora de cationes y la resina cambiadora de aniones según la presente invención en forma de lecho mixto.

15

Se introdujo en una columna que tenía un diámetro interno de 16 mm, 25 ml de resina cambiadora de cationes fuertemente ácida (Diaion[®] producida por Mitsubishi Chemical Corporation: SK1B, tipo Na). Seguidamente, se introdujeron 100 ml de ácido clorhídrico de 1 mol/L por la columna y se lavó suficientemente la resina cambiadora de cationes con agua con el objeto de preparar una resina cambiadora de cationes de tipo H.

20

Posteriormente, los 25 ml de resina cambiadora de cationes de tipo H y los 50 ml de resina cambiadora de aniones de tipo carbonato ácido obtenidos en el ejemplo 1, se mezclaron bien en agua y se introdujeron en una columna revestida que tiene un diámetro interno de 16 mm, con el objeto de fabricar el equipo cambiador de iones de lecho mixto. La temperatura en el interior del revestimiento se elevó hasta 40°C.

25

Ejemplo de referencia 2

Fabricación 2 de un equipo cambiador de iones de lecho mixto

- 30 Se fabricó un equipo cambiador de iones de lecho mixto de la misma forma que en el ejemplo de referencia 1, con la salvedad de que se utilizó la resina cambiadora de aniones preparada en el ejemplo 2, en lugar de la resina cambiadora de aniones preparada en el ejemplo 1. La temperatura en el interior del revestimiento se elevó hasta 40°C.

Ejemplo de referencia 3

Fabricación 3 de un equipo cambiador de iones de lecho mixto

- 40 Se fabricó un equipo cambiador de iones de lecho mixto de la misma forma que en el ejemplo de referencia 1, con la salvedad de que se utilizó la resina cambiadora de aniones preparada en el ejemplo 3 en lugar de la resina cambiadora de aniones preparada en el ejemplo 1. La temperatura en el interior del revestimiento se elevó a 40°C.

Ejemplo de referencia 4

45

Fabricación de un equipo cambiador de iones de dos lechos

- Se fabricó de la siguiente forma un equipo cambiador de iones de dos lechos que comprende una capa de resina rellena de una resina cambiadora de cationes y una capa de resina rellena de una resina cambiadora de aniones según la presente invención.

50

Se preparó una resina cambiadora de aniones de la misma forma que en el ejemplo 1 con la salvedad de que la cantidad de resina cambiadora de aniones que se utilizó fue de 60 ml.

55

Se introdujo en una columna que tiene un diámetro interno de 16 mm, 20 ml de resina cambiadora de cationes de carácter fuertemente ácido (SK1B, de tipo Na). Seguidamente, se introdujeron 100 ml de ácido clorhídrico de 1 mol/L a través de la columna y la resina cambiadora de cationes se lavó suficientemente con agua con el objeto de preparar una resina cambiadora de cationes de tipo H.

60

Se introdujo en una columna revestida que tiene un diámetro interior de 16 mm, 60 ml de resina cambiadora de aniones de tipo carbonato ácido con el objeto de formar una capa de resina de una resina cambiadora de aniones. Se rellenaron después 20 ml de resina cambiadora de cationes de tipo H con el objeto de fabricar el equipo cambiador de iones de dos lechos. La temperatura en el interior del revestimiento se elevó a 36°C.

65

En el equipo cambiador de iones de dos lechos, se introdujo la solución a tratar por la capa de resina cambiadora de cationes y luego por la capa de resina cambiadora de aniones.

Desolación de un sacárido como solución que se va a tratar.

ES 2 250 633 T3

Ejemplo de preparación 1

Preparación 1 de una solución que se va a tratar

5 Se añadieron 200 g de glucosa a 800 ml de una solución de propionato sódico preparada para que tuviera 0,001 mol/L con el objeto de preparar una solución de glucosa que tuviese una concentración de contenido sólido de 20% en peso.

Ejemplo 4

10

Método 1 para desalar un sacárido como solución que se va a tratar

15 Se realizó una desalación alimentando la solución de sacáridos preparada en el ejemplo de preparación 1, como solución que se va a tratar, por el equipo cambiador de iones de lecho mixto según el ejemplo de referencia 1, con una velocidad de 55 ml/h.

20 Dos horas después de comenzar la alimentación de la solución a través del equipo cambiador de iones, se inició un muestreo de la solución de sacáridos desalada. El muestreo se realizó tomando una solución tratada descargada del equipo cambiador de iones en una hora, a modo de muestra. Seguidamente, de dos horas a cinco horas después del comienzo de la alimentación de la solución, se obtuvieron tres muestras, muestreando cada hora es decir de dos a tres horas, de tres a cuatro horas y de cuatro a cinco horas.

25 La solución de sacáridos obtenida por el muestreo se concentró en vacío con el objeto de eliminar el ácido carbónico disuelto. Luego, se ajustó la concentración con el fin de que la concentración de contenido sólido fuera de 20% en peso, y se midieron el pH y la conductividad eléctrica de la solución de sacáridos desalada. También se midió la cantidad de reactivo de descomposición producido y de reactivo de isomerización que no sea glucosa, sobre la base de la superficie pico, por medio de HPLC, y el resultado se consideró proporción de isomerización (%) de la glucosa. El resultado se muestra en el cuadro 1.

30 En este ejemplo, no se observó coloración en la resina cambiadora de aniones después de la desalación de la solución de sacáridos.

Ejemplo 5

Método 2 para la desalación de un sacárido como solución que se va a tratar

35 Se realizó en las mismas condiciones que en el ejemplo 4 una desalación de la solución de sacáridos preparada en el ejemplo de preparación 1 como solución a tratar, con la salvedad de que se utilizó el equipo cambiador de iones de lecho mixto según el ejemplo de referencia 2 en lugar del equipo del ejemplo de referencia 1.

40 Se midió la solución de sacáridos después de la desalación de la misma forma que en el ejemplo 4 y el resultado se muestra en el cuadro 1.

45 En este ejemplo, no se observó coloración en la resina cambiadora de aniones después de la desalación de la solución de sacáridos.

Ejemplo 6

Método 3 para la desalación de un sacárido como solución a tratar

50 Se realizó en las mismas condiciones que en el ejemplo 4 la desalación de la solución de sacáridos preparada en el ejemplo de preparación 1 como solución a tratar, con la salvedad de que se utilizó el equipo cambiador de iones de lecho mixto según el ejemplo de referencia 3 en lugar del equipo del ejemplo de referencia 1.

55 La solución de sacáridos tras la desalación se midió de la misma forma que en el ejemplo 4 y el resultado se muestra en el cuadro 1.

60 En este ejemplo, no se observó coloración en la resina cambiadora de aniones después de la desalación de la solución de sacáridos.

Ejemplo comparativo 1

Comparación con una resina cambiadora de aniones de tipo OH

65 Se preparó de la misma forma que en el ejemplo 1 una resina cambiadora de aniones fuertemente básica de tipo OH, con la salvedad de que se utilizó una solución de hidróxido sódico en lugar de una solución de carbonato sódico ácido. Se fabricó un equipo cambiador de iones de la misma forma que en el ejemplo de referencia 1, con la salvedad de que se utilizó la resina cambiadora de aniones de tipo OH en lugar de la resina cambiadora de iones según la

ES 2 250 633 T3

presente invención. Seguidamente, se realizó en las mismas condiciones que el ejemplo 4, la desalación de la solución de sacáridos preparada en el ejemplo de preparación 1 como solución a tratar.

5 Se midió la solución de sacáridos después de la desalación de la misma forma que en el ejemplo 4 y el resultado se muestra en el cuadro 1.

En este ejemplo, la resina cambiadora de aniones se coloró de marrón después de la desalación de la solución de sacáridos.

10 Ejemplo comparativo 2

Comparación con una resina cambiadora de aniones de tipo OH

15 Se preparó de la misma forma que en el ejemplo 2 una resina cambiadora de aniones débilmente básica de tipo OH, con la salvedad de que se utilizó una solución de hidróxido sódico en lugar de una solución de carbonato sódico ácido.

20 Se fabricó un equipo cambiador de iones de la misma forma que en el ejemplo de referencia 1, con la salvedad de que se utilizó la resina cambiadora de aniones de tipo OH en lugar de la resina cambiadora de iones según la presente invención. Seguidamente, se realizó en las mismas condiciones que en el ejemplo 4, la desalación de la solución de sacáridos preparada en el ejemplo de preparación 1 como solución a tratar.

25 Se midió la solución de sacáridos después de la desalación de la misma forma que en el ejemplo 4 y el resultado se muestra en el cuadro 1.

En este ejemplo, la resina cambiadora de aniones se coloreó ligeramente tras la desalación de la solución de sacáridos.

30 Ejemplo comparativo 3

Comparación con una resina cambiadora de aniones de tipo OH

35 Se preparó de la misma forma que en el ejemplo 3 una resina cambiadora de aniones fuertemente básica de tipo OH, con la salvedad de que se utilizó una solución de hidróxido sódico en lugar de una solución de carbonato sódico ácido.

40 Se fabricó un equipo cambiador de iones de la misma forma que en el ejemplo de referencia 1, con la salvedad de que se utilizó la resina cambiadora de aniones de tipo OH en lugar de la resina cambiadora de iones según la presente invención. Seguidamente, se realizó en las mismas condiciones que en el ejemplo 4, la desalación de la solución de sacáridos preparada en el ejemplo de preparación 1 como solución a tratar.

Se midió la solución de sacáridos tras la desalación de la misma forma que en el ejemplo 4 y el resultado se muestra en el cuadro 1.

45 En este ejemplo, la resina cambiadora de aniones se coloreó de marrón después de la desalación de la solución de sacáridos.

CUADRO 1

El resultado analítico de la solución de sacáridos desalada

		Muestra			
		Antes de desalación	2 a 3 horas después de alimentar solución	3 a 4 horas después de alimentar solución	4 a 5 horas después de alimentar solución
Ej. 4	Relación isomerización (%)	0	<0,05	<0,05	<0,05
	pH	6,0	6,4	5,6	5,9
	Conductividad eléc. ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	60,5	1,80	1,33	1,57

ES 2 250 633 T3

CUADRO 1 (continuación)

			Muestra		
			Antes de desalación	2 a 3 horas después de alimentar solución	3 a 4 horas después de alimentar solución
5					
10					
	Ej. 5	Relación isomerización (%)	0	<0,05	<0,05
		pH	6,0	5,5	5,3
15		Conductividad eléc. ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	60,5	1,67	1,86
	Ej. 6	Relación isomerización (%)	0	<0,05	<0,05
20		pH	6,0	6,0	5,7
		Conductividad eléc. ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	60,5	0,90	1,13
	Ej. comparativo 1	Relación isomerización (%)	0	1,70	17,9
25		pH	6,0	6,7	6,6
		Conductividad eléc. ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	60,5	0,57	0,54
30	Ej. comparativo 2	Relación isomerización (%)	0	2,9	3,1
		pH	6,0	7,3	7,1
		Conductividad eléc. ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	60,5	1,22	0,90
35	Ej. comparativo 3	Relación isomerización (%)	0	22,9	21,6
		pH	6,0	6,7	6,6
40		Conductividad eléc. ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	60,5	0,65	0,52

45 A la vista del resultado, se confirma lo siguiente: el producto de descomposición y el reactivo de isomerización de la glucosa se producen escasamente cuando se utiliza la resina cambiadora de aniones de tipo carbonato y/o de tipo carbonato ácido según la presente invención, si se compara con el caso en el que se utilizó una resina cambiadora de aniones de tipo OH convencional. Tampoco se observó la coloración de la resina cambiadora de aniones tras la desalación de la solución de sacáridos.

50 Se confirmó también que la conductividad eléctrica que indica el nivel residual del ion se redujo notablemente si se compara con la de antes de la desalación, y ésta se puede realizar de la misma forma que la convencional.

Desalación de un sacárido hidrogenado como solución a tratar.

Ejemplo de preparación 2

55 *Preparación 2 de una solución a tratar*

60 Se preparó una solución de glucosa con una concentración de contenido sólido de 50%, se realizó una reacción de hidrogenación bajo presurización de hidrógeno utilizando un catalizador de rutenio, preparándose una solución de sorbitol.

En la solución de sorbitol obtenida por la reacción, había 0,025% en peso de contenido sólido de glucosa que no había reaccionado.

65 Al preparar la solución de sorbitol por medio de la reacción de hidrogenación para que tuviera la concentración de contenido sólido de 20% en peso, el pH fue de 3,34 y la conductividad eléctrica de 67,7 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

ES 2 250 633 T3

Ejemplo 7

Método 1 para la desalación de un sacárido hidrogenado

5 La solución de sacáridos preparada en el ejemplo de preparación 2 como solución a tratar, se desaló alimentando la solución a través del equipo cambiador de iones de dos lechos según el ejemplo de referencia 4 a una velocidad de 54 ml/hora.

10 El muestreo de la solución de sacáridos desalada se inició dos horas después del comienzo de la alimentación de la solución a través del equipo cambiador de iones. Una vez iniciado el muestreo, se tomó como muestra la solución tratada descargada del equipo cambiador de iones en una hora.

15 La solución de sacáridos obtenida se concentró al vacío con el objeto de eliminar el ácido carbónico disuelto. Seguidamente se ajustó la concentración para que la concentración de contenido sólido fuera de 20% en peso, y se midió el pH y la conductividad eléctrica de la solución de sacáridos desalada. Además se midió el contenido de glucosa y el contenido de fructosa que es el reactivo de isomerización de la misma y el resultado se muestra en el cuadro 2.

Ejemplo comparativo 4

20 *Comparación con una resina cambiadora de aniones de tipo OH*

25 Se preparó, al igual que en el ej. 1, una resina cambiadora de aniones fuertemente básica de tipo OH, excepto por que se utilizó una solución de hidróxido sódico en lugar de una solución de carbonato sódico ácido y se ajustó en 60 ml la cantidad de resina cambiadora de aniones.

30 Se fabricó un equipo cambiador de aniones de la misma forma que en el ejemplo de referencia 4, con la salvedad de que se utilizó la resina cambiadora de aniones de tipo OH en lugar de la resina cambiadora de iones según la presente invención. Seguidamente, se realizó en las mismas condiciones que en el ejemplo 7 la desalación de la solución de sacáridos preparada en el ejemplo de preparación 2 como solución a tratar.

35 Se midió la solución de sacáridos después de la desalación de la misma forma que en el ejemplo 7 y el resultado se muestra en el cuadro 2.

Resultado analítico de la solución de sacáridos desalada

35

40

45

	pH	Conductividad eléc. ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	Contenido de glucosa (% en peso)	Contenido de fructosa (% en peso)
Antes de desalación	3,34	67,7	0,025	0
Ejemplo 7	7,13	1,70	0,024	<0,001
Ejemplo comparativo 4	9,35	2,50	0,018	0,007

A la vista del resultado, se confirma lo siguiente:

50 En el método de desalación que utiliza la resina cambiadora de iones de tipo carbonato y/o de tipo carbonato ácido según la presente invención, la fructosa, que es un reactivo de isomerización de la glucosa se encuentra escasamente contenida en la solución de sacáridos desalada. Se produce también fructosa en la solución de sacáridos desalada cuando se utiliza una resina cambiadora de aniones de tipo OH convencional.

55 También se confirma que la conductividad eléctrica que indica el nivel residual del ion disminuyó significativamente si se compara con la existente antes de la desalación, y la desalación se puede realizar de la misma forma que el procedimiento convencional.

60 Test de tolerancia al calor en la solución de sacáridos desalada.

Ejemplo de preparación 3

Preparación 3 de una solución a tratar

65 Se preparó una solución de sorbitol que contenía glucosa que tenía una concentración de contenido sólido de 50% en peso, en la que el contenido sólido de sorbitol en la solución es de 99,75% en peso y el contenido sólido de glucosa en la solución es de 0,25% en peso. La solución se preparó como solución a tratar.

ES 2 250 633 T3

Ejemplo 8

La solución a tratar preparada en el ejemplo de preparación 3 se desaló alimentando la solución a través del equipo cambiador iones de lecho mixto según el ejemplo de referencia 1 a una velocidad de 55 ml/hora.

El muestreo de la solución de sacáridos desalada se inició dos horas después de comenzar la alimentación de la solución a través del equipo cambiador de iones. Una vez iniciado el muestreo, se tomó como muestra la solución tratada descargada del equipo cambiador de iones en una hora.

La solución de sacáridos obtenida se concentró al vacío con el objeto de eliminar el ácido carbónico disuelto. Seguidamente, se ajustó la concentración de forma que la concentración de contenido sólido fuera de 70% en peso, y se preparó una solución de muestra para una prueba de tolerancia al calor.

La solución de muestra para la prueba de tolerancia al calor se llevó a un contenedor de cristal hermético de presión y se calentó con un baño de aceite de 145°C durante 5 horas para realizar la prueba de tolerancia al calor.

Después de la prueba, se realizó un análisis por observación visual y con un absorciómetro y se observó la coloración de la solución de muestra. El resultado se muestra en el cuadro 3.

Ejemplo comparativo 5

Se preparó de la misma forma que en el ejemplo 1 una resina cambiadora de aniones fuertemente básica de tipo OH, con la salvedad de que se utilizó una solución de hidróxido sódico en lugar de una solución de carbonato sódico ácido.

Se fabricó un equipo cambiador de iones de la misma forma que en el ejemplo de referencia 1, con la salvedad de que se utilizó la resina cambiadora de aniones de tipo OH en lugar de la resina cambiadora de iones según la presente invención.

Se realizó la desalación de la misma forma que en el ejemplo 8, con la salvedad de que se utilizó la solución de sacáridos preparada en el ejemplo de preparación 3 como solución a tratar y el equipo cambiador de iones descrito anteriormente. Posteriormente, se realizó la prueba de tolerancia al calor en la solución de sacáridos desalada de la misma forma y el resultado se muestra en el cuadro 3.

El resultado de la prueba de tolerancia al calor.

		Absorbancia (400 nm)	Observación visual
Ej. 8	Antes de la prueba de tolerancia al calor	0,043	No se puede reconocer visualmente la coloración
	Después de la prueba de tolerancia al calor	0,220	Se reconoce una ligera coloración amarilla
Ej. comparativo 5	Antes de la prueba de tolerancia al calor	0,043	No se puede reconocer visualmente la coloración
	Después de la prueba de tolerancia al calor	0,273	Se reconoce claramente la coloración amarilla

ES 2 250 633 T3

REIVINDICACIONES

1. Método para desalar una solución de sacáridos que comprende:

5 la utilización de un cambiador de aniones de tipo carbonato y/o de tipo carbonato ácido.

2. El método según la reivindicación 1, en el que la solución de sacáridos es una solución de sacáridos hidrogenados.

10 3. El método según la reivindicación 2, en la que la solución de sacáridos hidrogenados contiene un no reactivo en una reacción de hidrogenación.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65