



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104262415 A

(43) 申请公布日 2015. 01. 07

(21) 申请号 201410405679. 2

(22) 申请日 2014. 08. 18

(71) 申请人 山东福洋生物科技有限公司

地址 253100 山东省德州市平原县经济开发区东区石油路福洋公司

(72) 发明人 赵伟 宋金松 曹大鹏 周生民
李淑娟 张玲

(51) Int. Cl.

C07H 3/02 (2006. 01)

C07H 1/00 (2006. 01)

C07H 1/06 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书2页

(54) 发明名称

D- 阿拉伯糖高效生产方法

(57) 摘要

本发明是一种 D- 阿拉伯糖高效生产方法, 第一步, 装料, 在反应器中加入浓度为 10%—20% 的葡萄糖酸内酯, 再加入催化剂氢氧化铁, 氢氧化铁用量为葡萄糖酸内酯重量的 2%—5%, 装料量为反应器容积的 30%—50%; 第二步, 流加双氧水; 第三步, 精制; 第四步, 结晶。本发明原料中使用了葡萄糖酸内酯和氢氧化铁, 提高了 D- 阿拉伯糖的收率, 降低了生产成本。

1. D- 阿拉伯糖高效生产方法, 包括, 第一步, 装料, 第二步, 流加双氧水, 第三步, 精制, 第四步, 结晶, 其特征在于: 第一步, 装料, 在反应器中加入浓度为 10%—20% 的葡萄糖酸内酯, 再加入催化剂氢氧化铁, 氢氧化铁用量为葡萄糖酸内酯重量的 2%—5%, 装料量为反应器容积的 30%—50%。

D-阿拉伯糖高效生产方法

技术领域

[0001] 本发明涉及生物技术领域,具体是一种 D-阿拉伯糖高效生产方法。

背景技术

[0002] D-阿拉伯糖在食品及生物医药领域用途广泛。D-阿拉伯糖,或者其氧化后生成的 D-阿拉伯糖酸,可以用于生产核黄素。D-阿拉伯糖还是生产抗癌药物阿糖胞苷的中间体。由于缺少低成本的生产工艺,造成 D-阿拉伯糖价格昂贵,使其应用受到了限制。

[0003] D-阿拉伯糖的生产方法有多种,英国专利 953012,由 Sankyo 公司申请的专利中,介绍了一种用全合成法制备 D-阿拉伯糖的工艺,这种方法,需要制备五种中间反应产品,因此按产业化考虑工艺太繁琐;还有一种方法是人所共知的 RUFF 法,葡萄糖酸钙在醋酸铁存在的情况下,用双氧水降解可以得到 D-阿拉伯糖。Hockett 和 Hudson 改进了 RUFF 反应 (JACS Vol. 56, page 1632; 1934),葡萄糖酸钙在硫酸铁与醋酸钡催化下进行双向分解制备 D-阿拉伯糖,这种方法 D-阿拉伯糖的收率 34-40%,仍然偏低;美国专利 (usp3755294)用葡萄糖酸钙在适量葡萄糖酸铁存在下与双氧水反应制造 D-阿拉伯糖的工艺,其收率虽能达到理论值的 60%。但这种方法中使用到葡萄糖酸铁,价格昂贵,使 D-阿拉伯糖的生产成本大大提高,进一步影响该方法的推广应用。

发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种 D-阿拉伯糖高效生产方法,以解决现有技术工艺繁杂,中间体原料价格昂贵, D-阿拉伯糖的收率低,生产成本高等问题。为实现上述目的,本发明采用了以下技术方案: D-阿拉伯糖高效生产方法,第一步,装料,在反应器中加入浓度为 10%—20% 的葡萄糖酸内酯,再加入催化剂氢氧化铁,氢氧化铁用量为葡萄糖酸内酯重量的 2%—5%,装料量为反应器容积的 30%—50%;第二步,流加双氧水,对料液搅拌的同时缓慢流加双氧水,双氧水中过氧化氢浓度为 27%—35%,过氧化氢的当量为葡萄糖酸当量的 5-8 倍,反应温度为 50℃—80℃,反应完毕得到 D-阿拉伯糖液的粗糖液, D-阿拉伯糖占总干物质质量的 50%—70%,该糖液折光率为 10%—20%;第三步,精制,对第二步所得 D-阿拉伯糖粗糖液,先经过压滤除去反应产生的不溶物,再经过脱色树脂、除铁树脂去除剩余的色素物质及铁离子,制得 D-阿拉伯糖精制糖液, D-阿拉伯糖精制糖液的纯度为 85%—99%;第四步,结晶,将第三步所得 D-阿拉伯糖精制糖液,在 65℃—75℃ 温度下,真空浓缩到固形物含量为 65%—75%,自然降温,加入或者不加入晶种,搅拌 15—24 小时,离心烘干,制得 D-阿拉伯糖晶体,纯度为 96%—99.9%,测定熔点应为 156.5℃ 到 175℃。

[0005] 本发明原料中使用了葡萄糖酸内酯和氢氧化铁,提高了 D-阿拉伯糖的收率,降低了生产成本。

具体实施方式

[0006] 下面结合实施例进一步说明本发明。

[0007] 实施例 1：

第一步,装料,在 5 升反应罐中,加入 300 克葡萄糖酸内酯和 2700 克水,使葡萄糖酸内酯浓度为 10%,再加入催化剂氢氧化铁 7.5 克,氢氧化铁用量为葡萄糖酸内酯重量的 2.5%。

[0008] 第二步,流加双氧水,对料液搅拌的同时缓慢流加双氧水,双氧水用量 1146 克,双氧水中过氧化氢浓度为 30%,过氧化氢的当量为葡萄糖酸内酯当量的 6 倍,双氧水的加入速度为 200ml/h,反应温度为 50℃,反应完毕得到 D-阿拉伯糖粗糖液。

[0009] 第三步,精制,对第二步所得 D-阿拉伯糖粗糖液,先经过压滤除去反应产生的不溶物,再经过脱色树脂、除铁树脂去除剩余的色素物质及铁离子,得到精制糖液 1668 克, D-阿拉伯糖的纯度为 95%。

[0010] 第四步,结晶,将第三步制得的 D-阿拉伯糖液,在 75℃下,真空浓缩到固形物含量为 71%,自然降温,搅拌 22 小时,有晶体析出,离心烘干,制得 D-阿拉伯糖晶体 200.45 克,纯度为 98.9%, D-阿拉伯糖的收率为 66.08%,为理论收率的 78.41%。

[0011] 实施例 2：

第一步,装料,在 5 升反应罐中,加入 450 克葡萄糖酸内酯和 2550 克水,使葡萄糖酸内酯浓度为 15%,再加入催化剂氢氧化铁 15.75 克,氢氧化铁用量为葡萄糖酸内酯重量的 3.5%。

[0012] 第二步,流加双氧水,对料液搅拌的同时缓慢流加双氧水,双氧水用量 1433 克,双氧水中过氧化氢浓度为 30%,过氧化氢的当量为葡萄糖酸内酯当量的 5 倍,双氧水的加入速度为 250ml/h,反应温度为 75℃,反应完毕得到 D-阿拉伯糖粗糖液。

[0013] 第三步,精制,对第二步所得 D-阿拉伯糖粗糖液,先经过压滤除去反应产生的不溶物,再经过脱色树脂、除铁树脂去除剩余的色素物质及铁离子,得到精制糖液 2750 克, D-阿拉伯糖的纯度为 93%。

[0014] 第四步,结晶,将第三步制得的 D-阿拉伯糖液,在 70℃下,真空浓缩到固形物含量为 65%,自然降温,加入 1 克晶种,搅拌 15 小时,有晶体析出,离心烘干,制得 D-阿拉伯糖晶体 330.1 克,纯度为 99.65%,测定熔点为 156.5℃到 175℃, D-阿拉伯糖的收率为 73.1%,为理论收率的 86.74%。

[0015] 实施例 3：

第一步,装料,在 5 升反应罐中,加入 460 克葡萄糖酸内酯和 1840 克水,使葡萄糖酸内酯浓度为 20%,再加入催化剂氢氧化铁 20.7 克,氢氧化铁用量为葡萄糖酸内酯重量的 4.5%。

[0016] 第二步,流加双氧水,对料液搅拌的同时缓慢流加双氧水,双氧水用量 2050 克,双氧水中过氧化氢浓度为 30%,过氧化氢的当量为葡萄糖酸内酯当量的 7 倍,双氧水的加入速度为 350ml/h,反应温度为 65℃,反应完毕得到 D-阿拉伯糖粗糖液。

[0017] 第三步,精制,对第二步所得 D-阿拉伯糖粗糖液,先经过压滤除去反应产生的不溶物,再经过脱色树脂、除铁树脂去除剩余的色素物质及铁离子,得到精制糖液 2608 克, D-阿拉伯糖的纯度为 95%。

[0018] 第四步,结晶,将第三步制得的 D-阿拉伯糖液,在 65℃下,真空浓缩到固形物含量为 75%,自然降温,搅拌 24 小时,有晶体析出,离心烘干,制得 D-阿拉伯糖晶体 313.1 克,纯度为 99.2%, D-阿拉伯糖的收率为 67.52%,为理论收率的 80.12%。